

# Influence des conditions expérimentales

## Synthèse de l'éthanoate d'isoamyle

La verrerie utilisée sera rincée à l'eau distillée à la fin de la séance.

Nettoyer et ranger la paillasse à la fin du travail expérimental

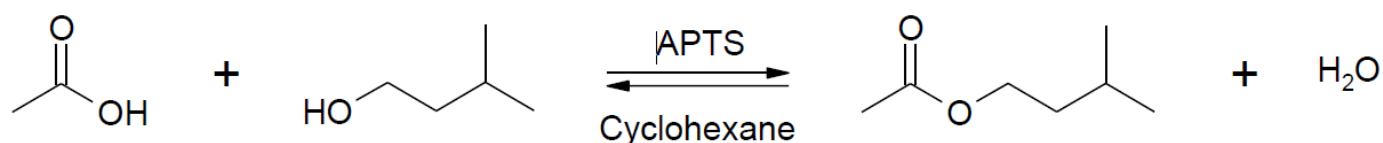
On devra détailler et justifier tous les calculs.

### 1- Objectifs

Les objectifs de ce travail sont de montrer que l'estérification est une transformation chimique lente et limitée et de préparer un ester odorant (l'éthanoate d'isoamyle, un des constituants de l'arôme de banane)

### 2- Présentation et données

L'équation de la réaction est la suivante:



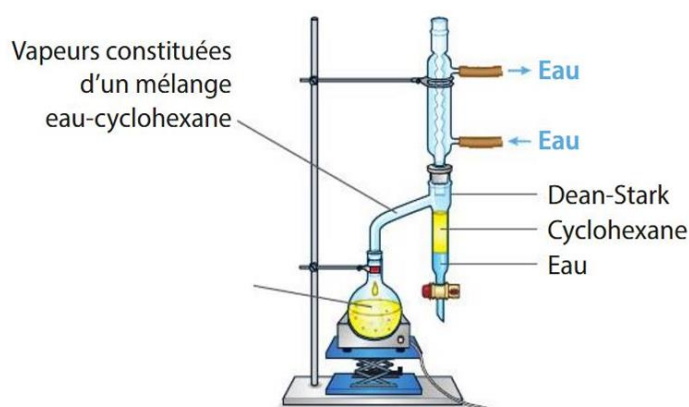
Il s'agit d'une estérification dont le rendement est amélioré par le dispositif de Dean-Stark. Ce dispositif utilise un montage à reflux dont le réfrigérant est décalé. Associé à un tube collecteur, il permet de réaliser une distillation hétéroazéotropique.

Dans le mélange réactionnel initial, on introduit en plus des réactifs un solvant organique (le cyclohexane par exemple) et quelques grains de pierre ponce pour réguler l'ébullition.

Le chauffage du milieu réactionnel entraîne la formation d'un composé mixte (cyclohexane + eau), de température d'ébullition inférieure à celles de tous les autres constituants du mélange (la température  $T_{\text{éb}}$  du composé mixte est de  $69,5^\circ\text{C}$ ).

Ce composé monte dans le Dean-Stark puis dans le réfrigérant, il se liquéfie et se retrouve dans le tube vertical gradué préalablement rempli aux trois quarts avec du cyclohexane (ou d'eau, à discuter).

La séparation eau-cyclohexane se produit: l'eau est plus dense que le cyclohexane, elle tombe au fond du tube. Le cyclohexane retourne dans le ballon lorsque le tube vertical est rempli.



L'ester est en solution dans le cyclohexane, on doit ensuite réaliser une distillation fractionnée pour obtenir l'ester seul.

L'élimination de l'eau ou de l'ester lors de leur formation déplace l'équilibre dans le sens direct de l'estérification et permet d'en améliorer le rendement.

Nom	Formule	Température d'ébullition (°C)	Masse molaire (g.mol <sup>-1</sup> )	Densité par rapport à l'eau	Solubilité dans l'eau
Acide éthanóique (acide acétique)	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	118,2	60,0	1,05	Forte
Alcool isoamylique (3-méthylbutan-1-ol)	C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> O	128	88,0	0,81	Faible
Ethanoate (ou acétate) de 3-méthylbutyle	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub>	142	130,0	0,87	Très faible
APTS	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> O <sub>3</sub> S	106	172,2	1,24	Forte
Cyclohexane	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub>	81	84,1	0,79	Nulle
Eau salée				1,3	

### 3- Protocole expérimental

- Dans un ballon de 250 mL, introduire successivement
  - V<sub>alcool</sub>=27mL d'alcool isoamylique
  - V<sub>acide</sub>=20mL d'acide acétique
  - V<sub>cyclo</sub>=30mL de cyclohexane
  - m<sub>acide</sub>=0,5g d'APTS
- Placer un turbulent dans le ballon.
- Installer le réfrigérant au-dessus du ballon.
- Mettre en route la circulation d'eau.
- Mettre en route le chauffe-ballon et chauffer à reflux modérément (environ 30 min) à l'aide d'un chauffe-ballon.
- Quand le niveau d'eau dans le Dean-Stark est trop important, éliminer l'eau dans un bécher.
- Surveiller régulièrement; en cas de surchauffe abaisser le support élévateur pour éloigner le ballon du chauffe-ballon.
- Au bout de ce temps, arrêter le chauffe ballon.
- Descendre ensuite le chauffe ballon pour que le ballon refroidisse plus vite.
- Au bout du chauffage, couper l'eau du réfrigérant.
- Enlever le ballon et le placer sous un courant d'eau froide.
- Transvaser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter placée sur son support.
- Verser 50 mL d'eau salée saturée dans l'ampoule à décanter.

- Après agitation (ampoule bouchée, puis retournée et robinet ouvert), laisser décanter et récupérer la phase aqueuse dans un verre à pied. Jeter la phase aqueuse.
- Ajouter environ 50 mL d'hydrogénocarbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{HCO}_3$ ) dans l'ampoule à décanter pour neutraliser l'acide acétique restant, et recommencer l'opération de décantation précédente.
- Attention en agitant car un important dégagement de dioxyde de carbone se produit.
- Evacuer toute la phase aqueuse inférieure.
- Récupérer la phase organique dans un erlenmeyer.
- Pour sécher la phase organique, verser 2 ou 3 spatules de sulfate de magnésium ( $\text{MgSO}_4$ ) anhydre dans l'erlenmeyer.
- Peser un bêcher vide de 100 mL.
- Filtrer le contenu de l'erlenmeyer en récupérant le filtrat dans le bêcher précédemment pesé.
- Peser à nouveau le bêcher contenant le filtrat.
- En déduire la masse expérimentale  $m_{\text{ester}}$  d'ester obtenu.
- Rincer à l'eau tout le matériel utilisé.

#### 4- Exploitation

- Calculer les quantités de matière initiales d'acide  $n_{0, \text{acide}}$  et d'alcool  $n_{0, \text{alcool}}$ .
- Dans le cas où l'on suppose la réaction totale, déterminer les quantités de matière théoriques  $n_{\text{théo, ester}}$  et  $n_{\text{théo, eau}}$  obtenues en fin de réaction.
- En déduire la masse totale théorique d'ester  $m_{\text{théo ester}}$  obtenu dans le cas d'une réaction totale.
- Justifier l'utilisation d'un montage de chauffage à reflux.
- Pourquoi faut-il placer ensuite le ballon sous un courant d'eau froide?
- Justifier le rôle de la solution de chlorure de sodium saturée.
- Préciser les propriétés des ions carbonate  $\text{CO}_3^{2-}$ .
- En déduire le rôle de la solution d'hydrogénocarbonate de sodium.
- Préciser les réactions qui interviennent.
- Déterminer le rendement de la réaction:  $\rho = 100 \times \frac{n_{\text{ester}}}{n_{\text{théo, ester}}} = 100 \times \frac{m_{\text{ester}}}{m_{\text{théo, ester}}}$ .
- Conclure.