

Synthèse de l'acétate d'isoamyle

1 - Données

Nom	Formule	Température d'ébullition (°C)	Masse molaire (g.mol ⁻¹)	Densité par rapport à l'eau	Solubilité dans l'eau
Acide éthanóique ou acide acétique	C ₂ H ₄ O ₂	118,2	60	1,05	Forte
Alcool isoamylique	C ₅ H ₁₂ O	128	88	0,81	Faible
Ethanoate (ou acétate) de 3-méthylbutyle	C ₇ H ₁₄ O ₂	142	130	0,87	Très faible
Eau salée				1,3	

2- Protocole expérimental

Verser dans un ballon de micro-verrerie, 5,0mL d'alcool isoamylique; 8,0mL d'acide acétique; quelques gouttes d'acide sulfurique concentré (catalyseur), et quelques grains de pierre ponce.

Installer le réfrigérant au-dessus du ballon.

Mettre en route la circulation d'eau.

Mettre en route le chauffe-ballon et porter à ébullition pendant 30 minutes environ.

Au bout de ce temps, arrêter le chauffe ballon.

Descendre ensuite le chauffe ballon pour que le ballon refroidisse plus vite.

Au bout de quelques minutes, 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 30mL 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.

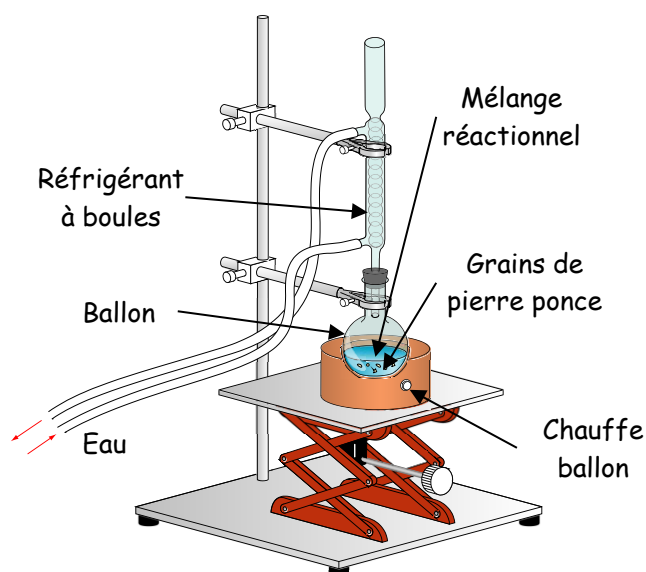
Après agitation et avant de retourner l'ampoule pour réaliser la décantation, ne pas oublier de fermer le robinet.

Ajouter environ 30mL d'hydrogénocarbonate de sodium (NaHCO₃) dans l'ampoule à décanter pour neutraliser l'acide acétique restant, et recommencer l'opération de décantation précédente.

Faire 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 (MgSO_4) anhydre dans l'erlenmeyer.

Peser un bêcher vide de 100mL.

$$m_b = 28,79 \text{ g}$$

Filtrer le contenu de l'erlenmeyer en récupérant le filtrat dans le bêcher précédemment pesé.

Peser à nouveau le bêcher contenant le filtrat.

$$m_f = 34,11 \text{ g}$$

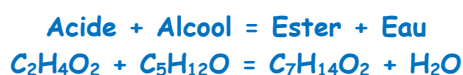
En déduire la masse expérimentale m_{ester} d'ester obtenu.

$$m_{\text{ester}} = m_f - m_b = 34,35 - 28,29 = 5,32 \text{ g}$$

Rincer à l'eau tout le matériel utilisé.

3- Exploitation

Ecrire l'équation bilan de la réaction qui se produit.



Calculer les quantités de matière initiales d'acide $n_{0, \text{acide}}$ et d'alcool $n_{0, \text{alcool}}$.

$$\begin{aligned} n_{0, \text{acide}} &= \frac{\mu_a \cdot V_a}{M_a} = \frac{1,05 \times 8,0}{60} = 0,14 \text{ mol} \\ n_{0, \text{alcool}} &= \frac{\mu_{\text{al}} \cdot V_{\text{al}}}{M_{\text{al}}} = \frac{0,81 \times 5,0}{88} = 0,046 \text{ mol} \end{aligned}$$

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.

Si la réaction était totale, le réactif limitant serait l'alcool, donc $x_{\text{max}} = 0,046 \text{ mol}$.
Les quantités de matière théoriques en ester et eau seraient alors:

$$n_{\text{théo, ester}} = 0,046 \text{ mol} \quad n_{\text{théo, eau}} = 0,046 \text{ mol}$$

En déduire la masse totale théorique d'ester $m_{\text{théo, ester}}$ obtenu dans le cas d'une réaction totale.

$$m_{\text{théo, ester}} = n_{\text{théo, ester}} \times M_{\text{ester}} = 0,046 \times 130 = 5,98 \text{ g}$$

Justifier l'utilisation d'un montage de chauffage à reflux.

Le montage à reflux permet de travailler à volume constant sans perte de mélange réactionnel.

Pourquoi faut-il placer ensuite le ballon sous un courant d'eau froide?

Le fait de placer le ballon sous un courant d'eau froide permet de stopper la réaction: on réalise une trempe.

Compléter le schéma ci-contre de l'ampoule à décanter en précisant les différentes phases, leur position et leur contenu.

Justifier le rôle de la solution de chlorure de sodium saturée.

La solution de chlorure de sodium permet de mieux séparer les différentes phases (la densité de la solution étant alors de 1,3). C'est la phase de relargage.

Préciser les propriétés des ions carbonate CO_3^{2-} .

Les ions carbonate (CO_3^{2-}) réagissent facilement en solution acide pour donner du dioxyde de carbone (CO_2).

En déduire le rôle de la solution d'hydrogencarbonate de sodium.

Les ions hydrogencarbonate (HCO_3^-) permettent donc de neutraliser l'acide acétique restant dans la solution.

Préciser les réactions qui interviennent.

On aura ainsi la réaction entre les ions hydrogencarbonates et le restant d'acide acétique:



Déterminer le rendement de la réaction: $\rho = 100 \times \frac{n_{\text{ester}}}{n_{\text{théo, ester}}} = 100 \times \frac{m_{\text{ester}}}{m_{\text{théo, ester}}}$.

$$\rho = 100 \times \frac{m_{\text{ester}}}{m_{\text{théo, ester}}} = 100 \times \frac{5,32}{5,98} = 89 \%$$

Conclure.

La réaction n'est pas totale, mais limitée.

Le rapport des quantités initiales est de 3. Pour un tel rapport le rendement d'une estérification avec un alcool primaire est de 90%.

Dans notre expérience on trouve un rendement de 89%, ce qui s'explique par les pertes de substances au cours de la manipulation. Mais ce résultat est excellent.

