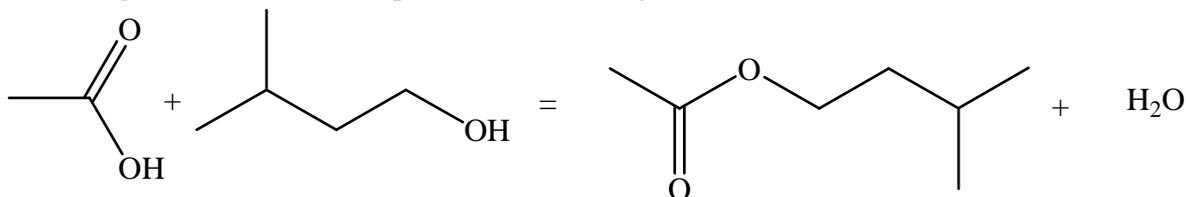


## T.P. C10 : Synthèse de l'éthanoate de 3-méthylbutyle (ou acétate d'isoamyle)

### I.- Equation-bilan de la transformation chimique associée à cette réaction

C. 1.: On fait réagir de l'acide éthanoïque avec du 3-méthylbutan-1-ol :



Acide éthanoïque      3-méthylbutan-1-ol

(Acide acétique)      (alcool isoamylique)

Q.2. : Quel est le nom de ce type de réaction?

Q.3. : Nommer les produits obtenus.

Q.4. : Un des produits est un arôme alimentaire à l'odeur et la saveur de banane. Lequel?

C.5. : Données:

| Composé            | Sécurité   | $\rho$ (kg/m <sup>3</sup> ) | $^{\circ}\text{éb}$ (°C) | Solubilité dans l'eau | Indice de réfraction |
|--------------------|--|-----------------------------|--------------------------|-----------------------|----------------------|
| Acide éthanoïque   | <br>R : 10, 35<br>S : 1/2, 23, 26, 45 | 1050                        | 118                      | Très grande           | 1,3176               |
| 3-méthylbutan-1-ol | <br>R : 10, 20, 37, 66<br>S : 2, 46 | 810                         | 128.5                    | Faible                | 1,4053               |
| Ester              | R : 10, 66<br>S : 2, 23, 25  | 870                         | 142                      | Très faible           | 1,4003               |
| Eau                | -  | 1000                        | 100                      | -                     | 1,3333               |

C.6.: **Consignes de sécurité:** comme on manipule des acides purs et des alcools nocifs, le port des lunettes de protection et des gants est obligatoire. Ne pas jeter les produits à l'évier mais dans le conteneur à produits organiques.

### II.- Protocole expérimental pour la synthèse de cet ester.

#### 1) Chauffage à reflux

E.7. : Dans un ballon, placer :

- 10 cm<sup>3</sup> de 3-méthylbutan-1-ol;
- 15 cm<sup>3</sup> d'acide acétique pur (dit « glacial»);

On utilisera les distributeurs à pompe placés sous la hotte (éviter de respirer les vapeurs de ces produits purs) pour prélever ces deux réactifs.

- 1 mL (à la pipette pasteur sous la hotte) d'acide sulfurique (catalyseur) ;
- Quelques grains de pierre ponce ;

E.8. : Installer ensuite le réfrigérant à reflux et mettre la circulation d'eau en marche.

S.9. : Faire un schéma annoté du montage à reflux ainsi réalisé.

E.10.: Chauffer environ 30 mn en maîtrisant l'ébullition (thermostat sur 6-7 avec sélecteur sur II).

Q.11. : Quel est l'intérêt de ce dispositif de chauffage à reflux?

Q.12.: Quels sont ici les deux facteurs cinétiques sur lesquelles on a joué ?

E.13. : Après 30 mn, arrêter le chauffage et retirer le chauffe-ballon. Laisser refroidir le ballon à l'air pendant 5 mn.

E. 14.: Refroidir ensuite le ballon en le plaçant dans un mélange réfrigérant eau.

E. 15.: Attendre quelques minutes jusqu'à condensation totale des vapeurs puis démonter le réfrigérant et récupérer le ballon. Pourquoi faut-il attendre avant de démonter le montage à reflux ?

## 2) Lavage et décantation

E.16. : Dans le ballon, posé sur un valet (ou porte-ballon), ajouter environ 100 cm<sup>3</sup> d'une solution concentrée (voire saturée) de chlorure de sodium (Na<sup>+</sup> (aq), Cl<sup>-</sup> (aq)) : on parle parfois de relargage de l'ester. Expliquer l'intérêt de cette étape expérimentale.

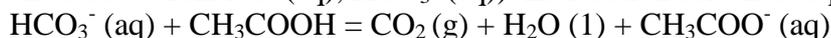
E. 17.: Agiter doucement le ballon à la main.

E. 18.: Transvaser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter en retenant les grains de pierre ponce.

S.19.: Faire le schéma de cette ampoule à décanter après décantation. Indiquer où se situe la phase organique et la phase aqueuse.

E.20. : Eliminer la phase aqueuse après décantation. On peut alors l'évacuer à l'évier.

E.21.: Recueillir la phase organique dans un grand erlenmeyer et ajouter environ 40 cm<sup>3</sup> d'une solution d'hydrogencarbonate de sodium Na<sup>+</sup> (aq), HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> (aq)). La réaction suivante se produit:



Q.22.: De quel type de réaction s'agit-il ? D'où provient le réactif acide éthanóique? Pourquoi appelle-t-on cette étape le lavage de la phase organique?

E.23. : Utiliser un agitateur magnétique associé à un barreau aimanté. Si le dégagement gazeux persiste, rajouter encore 20 cm<sup>3</sup> de solution d'hydrogencarbonate de sodium. On arrête lorsque plus aucun dégagement gazeux n'est observé.

E.24. : Transvaser le contenu de l'erlenmeyer dans l'ampoule à décanter et une fois la décantation terminée, éliminer la phase aqueuse à l'évier et récupérer la phase organique dans un petit erlenmeyer bien sec.

## 3) Séchage

E.25. : Ajouter à la phase organique présente dans l'erlenmeyer quelques spatules de sulfate de sodium anhydre en granulés.

E.26. : Boucher l'erlenmeyer et agiter doucement pendant quelques minutes.

E.27. : Peser un erlenmeyer bien sec et noter sa masse : m<sub>i</sub> = . . . . . g.

Q.28.: Quel est l'intérêt de cette étape?

E.29. : Filtrer le mélange et recueillir le filtrat dans l'erlenmeyer juste pesé.

E.30. : Peser l'erlenmeyer avec le filtrat recueilli : m<sub>f</sub> = . . . . . g.

E.31. : Déterminer la masse d'ester formé : m<sub>ester</sub> = . . . . . g.

E.32. : Sentir son odeur et essayer de la déterminer.

E.33. : Mesurer l'indice de réfraction de cet ester avec le réfractomètre d'Abbe : n = .

Q.34. : Comparer cette valeur à celle de l'éthanoate de 3-méthylbutyle pur donnée dans le tableau de données. Conclure sur la pureté de l'ester obtenu.

## III.- Taux d'avancement final ou rendement de la réaction d'estérification étudiée.

Q.35.: Etablir le tableau d'avancement de cette réaction.

Q.36.: Déterminer le réactif en défaut.

Q.37. : A partir de m<sub>ester</sub>, déterminer l'avancement final de la réaction.

Q.38.: Déterminer l'avancement maximal de cette réaction.

Q.39.: En synthèse organique, le taux d'avancement final est aussi appelé **rendement de la synthèse** et noté η. Déterminer η. En déduire le caractère total ou limité de la réaction d'estérification.

Q.40. : Déduire des données et résultats expérimentaux précédents, une valeur approchée de la constante d'équilibre K de la réaction d'estérification.