

OBJECTIFS : - préparer un ester et l'extraire du mélange réactionnel
- déterminer le rendement de la préparation

On réalise la **synthèse de l'acétate de 3-méthylbutyle** (ou acétate d'isoamyle) à partir de l'acide éthanoïque (ou acide acétique) et du 3-méthylbutan-1-ol (ou alcool isoamylique).

Ecrire l'**équation-bilan de la réaction** :

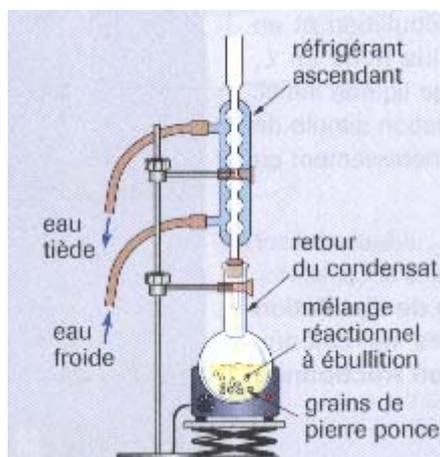
MANIPULATION :

1) réaction d'estérification

1.1 préparation du mélange réactionnel

- dans un ballon de 250 mL, introduire (volumes mesurés à l'aide d'une éprouvette graduée) 10 mL d'alcool isoamylique et 30 mL d'acide acétique pur. Ajouter ~ 1 mL d'acide sulfurique concentrée (!! lunettes et gants obligatoires) et quelques grains de pierre ponce.

1.2 chauffage à reflux



- Chauffer le mélange à reflux pendant ~ 20 mn.
- Arrêter le chauffage et laisser refroidir le mélange réactionnel en conservant le reflux. Puis refroidir le ballon sous un courant d'eau froide.

2) extraction de l'ester

2.1 relargage

- transvaser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter (sauf la pierre ponce !).
- Y ajouter 50 mL d'une solution saturée de chlorure de sodium (en utiliser tout ou partie pour rincer préalablement le ballon ayant contenu le mélange réactionnel).
- Fermer l'ampoule et agiter (!! penser à dégazer pour éviter les surpressions).
- Laisser décanter jusqu'à l'apparition de deux phases.
- Eliminer la phase aqueuse inférieure (!! penser à enlever le bouchon avant d'ouvrir le robinet).

2.2 lavage

- A la phase organique restée dans l'ampoule à décanter , ajouter par petites portions (!! aux mousses) 25 mL d'une solution de carbonate de sodium.
- Agiter puis laisser décanter. Eliminer la phase aqueuse après avoir vérifié que son pH est encore légèrement basique.
- Recueillir la phase organique dans un erlenmeyer de 100 mL .

2.3 séchage

- Ajouter une ou deux spatules de sulfate de magnésium anhydre et agiter quelques instants.
- Filtrer le mélange sur un peu de laine de verre en recueillant le filtrat dans un erlenmeyer de 50 ml bien sec et préalablement taré.
- Déterminer la masse d'ester brut ainsi obtenu : m =
- Noter son odeur :

EXPLOITATION DES RESULTATS :

1) quelques données relatives aux divers composés utilisés

Composé	Acide	Alcool	Ester	Eau
Masse volumique (g mL ⁻¹)	1,05	0,81	0,87	1
Masse molaire (g mol ⁻¹)	60	88	130	100
Température d'ébullition (°C)	118	130	142	100
Solubilité dans l'eau (ds l'eau salée ces solubilités diminuent)	Infinie	Moyenne	faible	

2) questions concernant la manipulation

2.1 estérification

- calculer les quantités initiales d'acide et d'alcool dans le mélange réactionnel :

no(acide) =

no(alcool) =

- les réactifs sont-ils dans les proportions stœchiométriques ?
- pourquoi chauffer et ajouter de l'acide sulfurique ?
- pourquoi chauffer à reflux ?

2.2 relargage

- quel est le rôle de l'ajout d'eau salée au contenu du ballon :
- pourquoi ne conserver que la phase supérieure ?
- que contient alors cette phase organique ?

2.3 lavage

- écrire l'équation-bilan de la réaction acido-basique engendrée par l'ajout de carbonate :

.....

- en déduire le rôle de cet ajout :
- que contient alors la phase organique ?
- Comment pourrait-on purifier l'ester obtenu ?

3) rendement de la synthèse

- calculer la quantité d'ester brut obtenu en fin de manipulation :

n (ester) =

- En déduire le rendement de la synthèse (calculé par rapport au réactif en défaut) :

.....

- Conclure :

Matériel par groupe :

- 1 ballon de 250 mL
- 1 chauffe ballon
- 1 réfrigérant vertical + potence
- 1 ampoule à décanter + support
- 1 rouleau de papier pH
- 1 agitateur en verre
- 1 pipette simple en plastique
- 1 entonnoir
- 1 peu de laine de verre (coton à défaut)
- 2 erlenmeyers de 50 et 100 mL
- 3 béchers de 50, 100 et 250 mL
- 2 éprouvettes graduées de 10 et 50 mL

Produits par groupe :

- pierre ponce
- acide sulfurique concentrée
- solution de carbonate de calcium (à ~ 20%)
- solution de chlorure de sodium saturée

Produits au bureau :

- acide éthanoïque pur
- alcool 3-méthylbutan-1-ol
- sulfate de magnésium anhydre

Matériel au bureau :

- 1 grosse spatule
- 2 béchers de 250 mL
- 1 gros feutre
- 2 balances mono-plateau
- des gants et lunettes de protection
- 1 sèche-cheveux