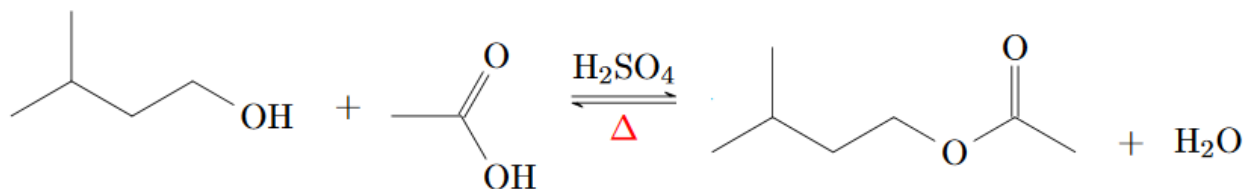


Synthèse de l'éthanoate de 3-méthylbutyle (ester à l'arôme de banane)



Protocole	Réactifs utilisés et leur quantité	Montage utilisé	Rendement théorique	Rendement expérimental
1	V ₁ = 9,5 mL de 3-méthylbutanol ($8,7 \cdot 10^{-2}$ mol) V ₂ = 5,0 mL d'acide éthanoïque ($8,7 \cdot 10^{-2}$ mol) 0,5 mL acide sulfurique concentré	Chauffage à reflux 30 min	67 %	
2	V ₁ = 9,5 mL de 3-méthylbutanol ($8,7 \cdot 10^{-2}$ mol) V ₂ = 5,0 mL d'acide éthanoïque ($8,7 \cdot 10^{-2}$ mol) 0,5 mL acide sulfurique concentré	Micro-onde 100 s	90 à 100%	
3	V ₁ = 9,5 mL de 3-méthylbutanol ($8,7 \cdot 10^{-2}$ mol) V ₂ = 5,0 mL d'acide éthanoïque ($8,7 \cdot 10^{-2}$ mol) V = 10 mL cyclohexane 0,5 mL acide sulfurique concentré	Dean-Stark	100 % V(H ₂ O) _{théo} = 1,6 mL	

Donnée : température d'ébullition d'un mélange eau-cyclohexane : 69,5°C.

	M (g·mol ⁻¹)	densité à 20 °C	T _{fus} (°C) <i>sous 1 bar</i>	T _{éb} (°C) <i>sous 1 bar</i>	Solubilité	Coût pour 1 L	Pictogrammes
Acide éthanoïque	60,1	1,05	16,6	118	Infinie dans l'eau	8,33 €	
3-méthylbutan- 1-ol	88,1	0,81	-117	128,5	Faible Très faible dans l'eau salée	20,50 €	
Éthanoate de 3-méthylbutyle	130,2	0,87	-79	142	Faible Très faible dans l'eau salée		
Cyclohexane	78	0,88	6,5	81	Insoluble dans l'eau	12,50 €	
Acide sulfurique	98				Soluble dans l'eau	9,03 €	

MISE EN ŒUVRE DU PROTOCOLE 1

1. Montage à reflux :

Sous la hotte, dans un ballon de 100 mL, introduire **AVEC PRÉCAUTION** :

☐ $V_1 = 9,5$ mL de 3-méthylbutanol ($8,7 \cdot 10^{-2}$ mol)

☐ $V_2 = 5,0$ mL d'acide éthanóïque ($8,7 \cdot 10^{-2}$ mol)

☐ 0,5 mL acide sulfurique concentré éthanóïque pur,

Chauffer à reflux modérément (environ 30 min) à l'aide d'un chauffe-ballon.

Surveiller régulièrement ; en cas de surchauffe abaisser le support élévateur pour éloigner le ballon du chauffe-ballon.

Laisser refroidir le ballon à l'air, puis dans un cristalliseur d'eau glacée.

2. Séparation de l'ester

- ◆ Verser le contenu du ballon dans un grand bécher contenant environ 50 mL d'eau salée saturée. Rincer le ballon avec un peu d'eau.
- ◆ Agiter avec un agitateur de verre, puis laisser reposer.
- ◆ Séparer les deux phases liquides à l'aide d'une ampoule à décanter et éliminer la phase aqueuse.

3. Lavage de la phase organique

- ◆ Recueillir la phase organique dans un bécher.
- ◆ Ajouter par petites quantités, tout en agitant vivement, la solution d'hydrogénocarbonate de sodium (10%), jusqu'à l'obtention d'un pH voisin de 7 (vérifier au papier pH). On observe un dégagement gazeux.
- ◆ Après un dégazage progressif, éliminer à nouveau la phase aqueuse.

Couples acide/base :

pK_a ($\text{CO}_2, \text{H}_2\text{O} / \text{HCO}_3^-$) = 6,4 ; pK_a ($\text{CH}_3\text{COOH} / \text{CH}_3\text{COO}^-$) = 4,8 et pK_a ($\text{H}_3\text{O}^+ / \text{H}_2\text{O}$) = 0.


4. Séchage de la phase organique

- ◆ Recueillir la phase organique dans un erlenmeyer, y ajouter une quantité suffisante de sulfate de magnésium anhydre pour éliminer les traces d'eau.
- ◆ Filtrer dans un erlenmeyer propre, sec **et préalablement taré**.
- ◆ Peser la phase organique finale.

5. Déterminer le rendement de cette synthèse.

MISE EN ŒUVRE DU PROTOCOLE 2 (synthèse au micro-ondes)

1. Au four à micro-ondes domestique :

	<p style="text-align: center;">SÉCURITÉ</p> <p>Compte tenu des montées en température importantes qu'il peut y avoir dans un four micro-ondes, plusieurs règles sont à respecter pour éviter les désagréments.</p> <p>Travailler avec des erlenmeyers ou des béchers à col large recouverts d'un entonnoir de façon à éviter l'évaporation des solvants.</p> <p>Il est impératif de toujours surveiller le milieu réactionnel au cours de la réaction : le solvant peut bouillonner et déborder, l'erlenmeyer se briser ...</p> <p style="text-align: right;"><i>L'actualité chimique – déc 2005 n°292</i></p> <p>Travailler sous la hotte / chauffer par phase de 20 s / attendre quelques secondes / vérifier le mélange réactionnel / ça sent très vite l'arôme de banane.</p>
---	--

Protocoles estérification

Sous la hotte, dans un erlenmeyer (ou un grand bécher à col large) recouvert d'un entonnoir, introduire **AVEC PRÉCAUTION** :

☐ $V_1 = 9,5$ mL de 3-méthylbutanol ($8,7 \cdot 10^{-2}$ mol)

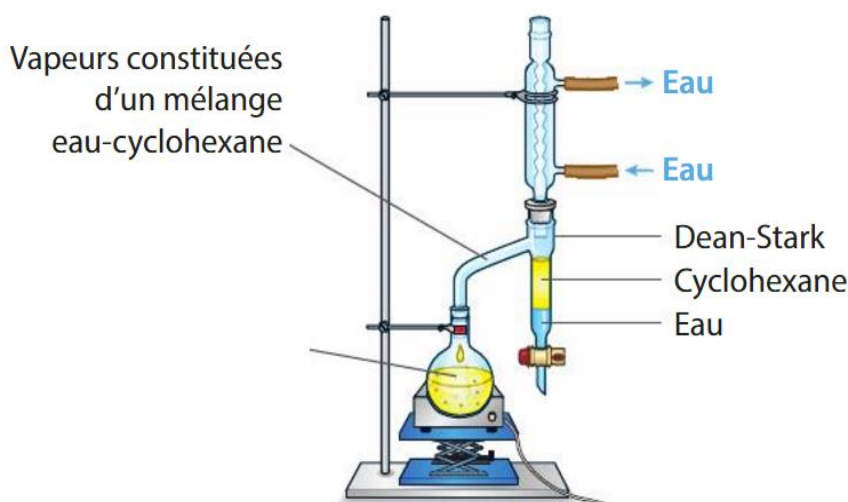
☐ $V_2 = 5,0$ mL d'acide éthanoïque ($8,7 \cdot 10^{-2}$ mol)

☐ 0,5 mL acide sulfurique concentré éthanoïque pur,

Chauffer par phase successive de 20s (1min à 2 min selon le micro-onde)

MISE EN ŒUVRE DU PROTOCOLE 3 (Dean-Stark)

Montage :



Principe :

- 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 ($T_{éb}$ composé mixte = $69,5^\circ\text{C}$).
- 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.

1. Dean-Stark :

Sous la hotte, dans un ballon de 100 mL, introduire **AVEC PRÉCAUTION** :

☐ $V_1 = 9,5$ mL de 3-méthylbutanol ($8,7 \cdot 10^{-2}$ mol)

☐ $V_2 = 5,0$ mL d'acide éthanoïque ($8,7 \cdot 10^{-2}$ mol)

☐ $V = 10$ mL cyclohexane

☐ 0,5 mL acide sulfurique concentré

Chauffer.