

TP : Synthèse de l'éthanoate d'isoamyle

Les esters sont souvent des molécules odorantes. Beaucoup sont utilisés comme arômes dans l'industrie alimentaire. Nous nous proposons ici de synthétiser l'éthanoate d'isoamyle qui a une odeur de banane.

La synthèse se fait en utilisant un appareil de Dean-Stark pour déplacer l'équilibre de la réaction d'estérification vers la formation de l'ester.

Mode opératoires :

Dans un ballon de 100 mL, introduire :

- 11.0 mL de 3-méthylbutan-1-ol,
- 6,0 mL d'acide éthanoïque,
- 15 mL de cyclohexane,
- un barreau aimanté

Sous agitation, rajouter environ 20 gouttes d'acide sulfurique concentré à l'aide d'un compte-gouttes.

Ajuster ensuite l'appareil de Dean-Stark puis remplir de cyclohexane le collecteur latéral.

Mettre à reflux.

Arrêter le chauffage quand le volume d'eau recueilli dans le Dean-Stark est stable. Mesurer ce volume

Verser le mélange réactionnel dans une ampoule à décanter et laver la phase organique avec 20 mL d'eau.

Récupérer la phase organique dans un erlenmeyer et ajouter 20mL d'une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium. Agiter et séparer les deux phases à l'aide de l'ampoule à décanter.

Sécher la phase organique sur sulfate de magnésium anhydre.

Evaporer le cyclohexane dans un ballon préalablement taré (attention de ne pas évaporer aussi l'ester).

Peser le brut de réaction.

Mesurer l'indice de réfraction et prendre le spectre IR du produit obtenu.

Questions :

- Faire un tableau récapitulatif sous l'équation de la réaction avec toutes les données vous semblant utiles.
- Indiquer les précautions relatives à la sécurité qui ont été prises lors de la manipulation.

- Faire le schéma du montage et expliquer le principe de fonctionnement d'un appareil de Dean Stark ?
- Calculer la quantité d'eau qui se forme lors de la réaction, la comparer avec la quantité d'eau récupérée dans le collecteur du Dean Stark.
- Expliquer le rôle des lavages à l'eau et à l'hydrogénocarbonate. Ecrire l'équation bilan des réactions susceptibles de se produire lors de l'ajout de la solution d'hydrogénocarbonate de sodium. Pourquoi ne pas rajouter directement la solution d'hydrogénocarbonate dans l'ampoule à décanter.
- Déterminer le rendement de la réaction.
- La constante d'équilibre d'une réaction d'estérification avec un alcool primaire est voisine de 4. Quel aurait été l'avancement final de la réaction sans l'utilisation de l'appareil de Dean-Stark ?
- Comparer l'indice de réfraction mesuré avec la valeur attendue.
- Analyser le spectre IR.
- Indiquer d'autres façons, de manière générale, de déplacer un équilibre chimique.
- Rappeler la loi de modération de Le Chatelier et la relation de Van't Hoff qui permet de déterminer la variation de la constante d'équilibre en fonction de la température.
- La réaction d'estérification est une réaction quasiment athermique, indiquer l'influence de la température sur l'équilibre de la réaction.

Références bibliographiques : *R. Barbe, J.F. Le Maréchal La chimie expérimentale 2. Chimie organique et minérale p86.*