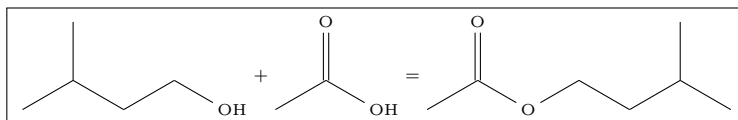


Estérification

Protocole expérimental.

19 mai 2021

On se propose de réaliser la synthèse de l'éthanoate d'isoamyle, ou « ester de banane » en raison de son odeur caractéristique. Le montage mettra en œuvre un appareil de Dean-Stark. Il permettra d'illustrer les leçons sur l'évolution spontanée d'un système chimique, les stratégies de synthèse, entre autres.



Matériel

- Ballons bicol et monocol de 100mL
- Appareil de Dean-Stark
- Réfrigérant
- Agitateur magnétique chauffant
- 2 pipettes graduées (10mL)
- Pipette jaugée de 5mL
- Burette
- 2 erlenmeyers de 100mL
- éprouvette graduée de 25mL
- entonnoir
- Chauffe-ballon
- Ampoule à décanter
- Evaporateur rotatif

Produits

- 3-méthylbutan-1-ol
- Acide éthanoïque
- Acide sulfurique pur
- Cyclohexane
- Solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium
- Sulfate de sodium anhydre

Manipulations

Assembler l'appareil de Dean-Stark adapté sur le ballon bicol. Remplir le collecteur latéral de cyclohexane. Introduire par le col latéral du ballon 11,0 mL de 3-méthylbutan-1-ol, 6,0 mL d'acide éthanoïque, 15mL de cyclohexane. Ajouter avec une pipette graduée, goutte-à-goutte et sous vive agitation, 1,00 mL d'acide sulfurique concentré (le but est d'éviter de trop fortes concentrations locales en acide). Chauffer à reflux à 130°C. Calorifuger si possible le conduit partant du ballon vers le réfrigérant. On observe la formation d'une seconde phase dans le Dean-Stark : c'est l'eau qui, après s'être évaporée dans le ballon, se liquéfie au niveau du réfrigérant et tombe par capillarité dans le collecteur. Etant donné qu'elle est plus dense que le cyclohexane, elle se place en-dessous de la phase de cyclohexane qui est ainsi poussée vers le haut et qui peut s'écouler dans l'autre sens vers le ballon. On remplace ainsi l'eau formée par la réaction avec du cyclohexane, ce qui conduit à déplacer l'équilibre dans le sens de formation des produits.

Quand le volume d'eau est stable, en général au bout de 45 minutes à 1h, arrêter le chauffage.

Verser le mélange réactionnel dans une ampoule à décanter et laver la phase organique avec 20mL d'eau distillée. Récupérer la phase organique dans un erlenmeyer et ajouter 20mL de la solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium. Sécher la phase organique au sulfate de sodium anhydre, filtrer par gravité et évaporer le cyclohexane à l'évaporateur rotatif dans un ballon de masse connue. Calculer le rendement de la réaction.

Alternative pour une manipulation qualitative

Cette manipulation peut servir d'illustration simple à mettre en œuvre et se déroule dans un tube à essais.

Introduire environ 2mL d'alcool isoamylique dans ce tube, puis le même volume d'acide éthanoïque pur dans lequel on aura introduit au préalable quelques gouttes d'acide sulfurique concentré (introduire l'acide sulfurique avant le mélange réduit le risque de réactions parasites). A ce stade, un test de présence d'eau au sulfate de cuivre anhydre devrait montrer l'absence d'eau. Chauffer le tube, de préférence sans faire bouillir. La réaction d'estérification se produit. Il peut y avoir formation de deux phases, l'ester n'étant pas miscible dans l'eau qui se forme (l'eau est plus dense que l'ester : on peut donc faire le test en prélevant une goutte dans la phase inférieure du tube). On peut aussi prélever un peu de l'ester, le déposer sur du papier buvard et laisser le nez de l'expérimentateur procéder à l'identification (avec quelques précautions). S'il n'y a pas de deuxième phase, on ajoute un peu de solution saturée de chlorure de sodium (relargage), pour ensuite sentir l'ester.

Bibliographie

Protocole grandement inspiré de celui disponible à la référence suivante :
Barbe, R. et Le Maréchal, J.-F. (2007). *La chimie expérimentale : chimie organique et minérale*. Dunod.