

SYNTHÈSE D'UN ESTER

OPTIMISATION DE LA VITESSE ET DU RENDEMENT

L'éthanoate de 3-méthylbutyle ou acétate d'isoamyle est utilisé comme agent de saveur. Cette espèce est présente naturellement dans la banane.

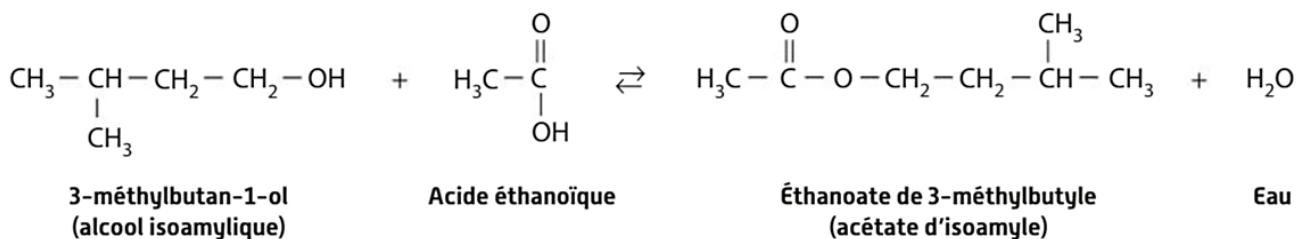
On peut la synthétiser au laboratoire en faisant réagir l'acide éthanoïque et le 3-méthylbutan-1-ol.

Comment optimiser la vitesse et le rendement de cette synthèse ?



Données :

- La synthèse est modélisée par la réaction chimique d'équation :



- L'estérification est une transformation chimique limitée qui est modélisée par un équilibre chimique dont la constante d'équilibre K varie peu avec la température (298 K) et vaut environ 4.

	Acide éthanoïque	3-méthylbutan-1-ol	Éthanoate de 3-méthylbutyle	Eau salée
Masse volumique (g · cm ⁻³)	1,05	0,81	0,87	1,2
Masse molaire molaire (g · mol ⁻¹)	60	88	130	
Température d'ébullition (°C)	118	128,5	142	
Solubilité dans l'eau	Très grande	Faible	Très faible	
Solubilité dans l'eau salée	Grande	Très très faible	Très faible	
Pictogramme de sécurité				

Liste des produits

3-méthylbutan-1-ol ou alcool isoamylique • Acide acétique • Acide sulfurique concentré • Eau froide • Solution saturée de chlorure de sodium • Solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium.

Matériel pour l'expérience 4

Ampoule à décanter 200 ou 250 mL • Bouchon • Anneau • Erlenmeyer de 150 mL pour la récupération de la phase organique • Bécher de 400 mL pour la récupération des phases aqueuses • Éprouvette graduée 100 mL • Entonnoir à solide • Support • « coton » pour filtration.

Matériel pour les expériences 1 à 3

Ballon bicol ou monocol de 250 mL • 1 ou 2 bouchons • Chauffe-ballon • Support élévateur • Réfrigérant à boules • Pincettes • Noix • Potence • Valet • Éprouvette graduée de 100 mL • Éprouvette graduée de 50 mL • 2 béchers de 100 mL (pour verser les réactifs du flacon dans le bécher et du bécher dans le ballon avant transformation) • Cristalliseur pour bain d'eau froide • Pierre ponce • Flacon compte-goutte contenant la solution d'acide sulfurique concentrée.

Protocoles

Trois protocoles différents vont être menés en parallèle par trois groupes d'élèves différents afin de dégager l'influence des conditions opératoires sur le rendement de la synthèse.

Protocole 1

- 1 Dans un ballon de 250 mL, introduire $V_1 = 20,0$ mL d'alcool isoamylique (3-méthylbutan-1-ol) et un volume $V_2 = 10,0$ mL d'acide éthanoïque (acétique).
- 2 Ajouter, avec précaution, 1 mL d'une solution d'acide sulfurique concentré et quelques grains de pierre ponce.
- 3 Réaliser un montage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 30 min.
- 4 Au bout de 30 min, arrêter le chauffage et laisser refroidir le ballon à l'air quelques minutes puis dans un bain d'eau froide tout en laissant la circulation d'eau dans le réfrigérant. Passer à la partie séparation.

Protocole 2

- 1 Dans un ballon de 250 mL, introduire $V_1 = 20,0$ mL d'alcool isoamylique et un volume $V_2 = 25,0$ mL d'acide acétique.
- 2 Ajouter, avec précaution, 1 mL d'une solution d'acide sulfurique concentré et quelques grains de pierre ponce.
- 3 Réaliser un montage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 30 min.
- 4 Au bout de 30 min arrêter le chauffage et laisser refroidir le ballon à l'air quelques minutes, puis dans un bain d'eau froide tout en laissant la circulation d'eau dans le réfrigérant. Passer à la partie séparation.

Protocole 3

- 1 Dans un ballon de 250 mL, introduire $V_1 = 20,0$ mL d'alcool isoamylique et un volume $V_2 = 25,0$ mL d'acide acétique.
- 2 Ajouter quelques grains de pierre ponce.
- 3 Réaliser un montage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 30 min.
- 4 Au bout de 30 min, arrêter le chauffage et laisser refroidir le ballon à l'air quelques minutes, puis dans un bain d'eau froide tout en laissant la circulation d'eau dans le réfrigérant. Passer à la partie séparation.

Protocole de séparation 4

- 1 Verser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter. Deux phases non miscibles apparaissent : la phase aqueuse et la phase organique. Les identifier.
- 2 Ajouter 100 mL d'une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium glacée. Agiter, puis laisser décanter. Récupérer la phase aqueuse dans un bécher.
- 3 Laver la phase organique avec une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium. Agiter tout en dégazant régulièrement jusqu'à ce que l'effervescence cesse.
- 4 Laver deux fois la phase organique avec 50 mL d'eau glacée.
- 5 Récupérer la phase organique dans un erlenmeyer.
- 6 Sécher la phase organique avec du sulfate de magnésium anhydre. Filtrer et peser la masse d'ester obtenue.

Questions :

- Q1. Pour chacun des protocoles réalisés, identifier les facteurs cinétiques qui favorisent la formation de l'ester.
- Q2. Pour chacun des protocoles réalisés, établir le tableau d'avancement, déterminer le réactif limitant et la masse maximale d'ester que l'on peut théoriquement synthétiser.
- Q3. Calculer le rendement de la synthèse pour chaque protocole. Comment peut-on justifier ces différentes valeurs ?

Donnée :

	Masse d'ester obtenu après purification :
Expérience 1	14,3 g
Expérience 2	20,6 g
Expérience 3	10,2 g

- Q4. Expliquer pourquoi un chauffage à reflux est nécessaire pour réaliser cette synthèse ? (faire un schéma)
- Q5. Pourquoi un montage à distillation fractionnée peut-il augmenter le rendement d'une synthèse lorsque la transformation n'est pas totale ? À quelle température doit-on chauffer dans le cas de notre synthèse ?