

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.

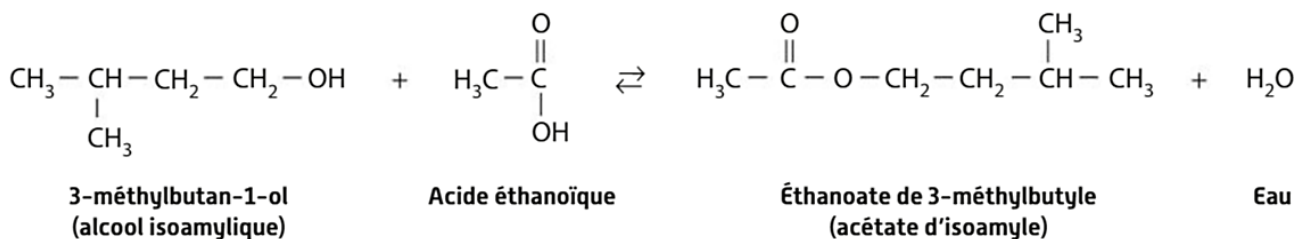
On peut la synthétiser au laboratoire en faisant réagir l'acide éthanoïque et le 3-méthylbutan-1-ol.

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 • Bêcher 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 bêchers de 100 mL (pour verser les réactifs du flacon dans le bêcher et du bêcher 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 ?
- 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 ? Pourquoi ne peut-on pas l'utiliser dans le cas de notre synthèse ?

CORRECTION

1 Les facteurs cinétiques sont la température et la concentration.

2

	Alcool isoamylique	Acide éthanoïque	Quantité maximale d'ester que l'on peut obtenir	Masse maximale d'ester que l'on peut obtenir
Expérience 1	0,184 mol	0,175 mol	0,175 mol	22,8 g
Expérience 2	0,184 mol	0,437 mol	0,184 mol	23,9 g
Expérience 3	0,184 mol	0,437 mol	0,184 mol	23,9 g

3 $\rho = \frac{\text{masse d'ester obtenue}}{\text{masse maximale d'ester que l'on peut obtenir}}$

	Masse d'ester obtenu après purification :	Masse maximale d'ester que l'on peut obtenir	Rendement
Expérience 1	14,3 g	22,8 g	0,627
Expérience 2	20,6 g	23,9 g	0,862
Expérience 3	10,2 g	23,9 g	0,427

Le rendement est le plus important avec le protocole 2 car l'un des réactifs est introduit en excès

Dans le cas du protocole 3, le rendement est inférieur à celui du protocole 2 alors que les quantités de réactifs sont les mêmes. En effet, la transformation se fait sans catalyseur et n'est pas terminée au bout de 30min.

4 Pour accélérer la transformation sans pertes de matière.

5 Pour distiller l'ester au fur et à mesure qu'il se forme et empêcher la transformation dans le sens indirect.

Ce n'est pas possible ici car notre ester a une température d'ébullition supérieure à celle des réactifs et s'évaporerait donc en dernier.

