Séquence 3
CH6 Synthèses organiques

Fiches liées à cette séquence :
- Fiche de synthèse Séquence 3
- Fiche extraction liquide-liquide
- Fiche indice de réfraction
- Fiche distillation

ACTIVITÉ 4 : Déplacement d'équilibre lors d'une estérification à l'aide d'un Dean-Stark

I. Introduction

L'éthanoate de 3-méthylbutyle ou acétate d'isoamyle, molécule naturelle, est le constituant principal de « l'arôme de banane ». Cette espèce chimique est contenue dans la banane mais qui peut également être synthétisée au laboratoire. Un arôme de synthèse est souvent constitué d'une seule espèce chimique : il est moins riche en odeur et en saveur que l'arôme naturel.

Bilan :

▪ La réaction d'estérification est une réaction lente, renversable et athermique.
▪ La réaction est plus rapide à chaud et est catalysée par les acides forts. Habituellement, en laboratoire, on chauffe à reflux le mélange d'acide carboxylique et d'alcool en présence d'un acide minéral fort, très souvent de l'acide sulfurique.

II. Mode opératoire

▪ Réaliser le montage de Dean-Stark en ajoutant du cyclohexane dans le Dean-Stark de telle sorte que le niveau affleure le tube coudé descendant.
▪ Introduire dans le ballon, 22 mL de 3-méthylbutan-1-ol, 15 mL d'acide éthanoïque pur, 20 mL de cyclohexane et 0,2 g d'acide paratoluènesulfonique.
▪ Ajouter quelques grains de pierre ponce.
▪ Chauffer le mélange à reflux. Lorsque la distillation azéotropique semble terminée (environ 30 minutes), poursuivre le reflux pendant 5 minutes puis refroidir à température ambiante.
▪ Procéder à une extraction liquide-liquide du mélange réactionnel, y compris du décanteur. Vous choisirez les quantités de solvant adéquates et procéderez aux étapes suivantes :
  - Laver la phase organique avec une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium ;
  - Laver la phase organique recueillie après le premier lavage avec une solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium à 10 % ;
  - Sécher la phase organique recueillie ;
  - Concentrer.
▪ Caractériser le produit obtenu.
▪ Rectifier l'ester obtenu. Repérer les températures d'ébullition des différentes fractions recueillies.
▪ Mesurer le volume d'ester obtenu.
▪ Caractériser le produit obtenu.

III. <u>Questions</u>

1. Pourquoi chauffe-t-on à reflux ? Quel est le rôle de l'acide paratoluènesulfonique ?
2. Décrire et expliquer ce qui se passe dans le décanteur de Dean-Stark.
3. Quel est le rôle du lavage à l'hydrogénocarbonate de sodium ?
4. Calculer le rendement et le comparer à celui obtenu sans Dean-Stark.
5. Choisir une technique permettant de contrôler la pureté du produit obtenu. La réaliser.