

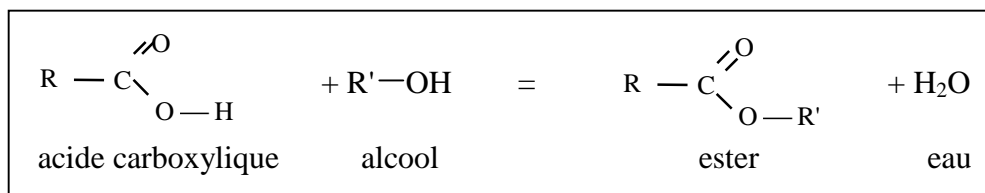
# SYNTHESE D'UN ESTER: l'éthanoate de 3-méthylbutyle

- Objectifs:**
- Connaître les protocoles expérimentaux de synthèse et d'extraction d'un ester.
  - Déterminer le rendement d'une estérification.

## I. LES ESTERS

### 1) Réaction d'estérification

- La réaction d'estérification est la réaction entre un acide carboxylique et un alcool . Elle donne un ester et de l'eau:

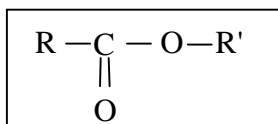


- Remarques:
- La réaction est **lente** et **limitée**.
  - Les ions  $\text{H}^+$  catalysent la réaction d'estérification.

### 2) Propriétés - Formule générale - Nom

- Les esters sont responsables du goût et de l'odeur de nombreux fruits, fleurs et parfums artificiels. Ainsi l'éthanoate de 3-méthylbutyle est utilisé en solution alcoolique comme arôme de banane dans certaines eaux minérales et sirops.

- **La formule générale** des esters est:



R: groupe alkyle provenant de l'acide  
R': groupe alkyle provenant de l'alcool

- **Le nom** d'un ester comporte deux termes:

- le premier, avec la terminaison **-oate ou ate**, désigne *la chaîne dite principale provenant de l'acide carboxylique*. Cette chaîne est numérotée à partir de l'atome de carbone fonctionnel.
- le second, avec la terminaison **-yle**, est le nom du groupe alkyle *provenant de l'alcool*. Cette seconde chaîne carbonée est numérotée à partir de l'atome de carbone lié à l'atome d'oxygène.

Exemples:  $\text{CH}_3 - \text{CH}_2 - \text{C}(=\text{O}) - \text{O} - \text{CH}_3$  propanoate de méthyle

$\text{CH}_3 - \underset{\text{CH}_3}{\text{CH}} - \text{CH}_2 - \text{C}(=\text{O}) - \text{O} - \text{CH}_2 - \text{CH}_3$  3-méthylbutanoate d'éthyle.

### 3) Rendement

- Le rendement  $\rho$  d'une estérification est le rapport:

$$\rho = \frac{n_f(\text{ester})}{n_{\max}(\text{ester})}$$

- $n_f(\text{ester})$ : quantité d'ester obtenue expérimentalement
- $n_{\max}(\text{ester})$ : quantité d'ester attendue dans le cas d'une réaction totale.

## II. SYNTHESE D'UN ESTER AVEC MONTAGE A REFLUX

### 1) Expérience

- Mettre des gants et des lunettes de protection !!!
- Dans un ballon, verser:
  - **8,0 mL** de 3-méthylbutan-1-ol pur (attention !)
  - **10,0 mL** d'acide éthanoïque pur (attention !)
  - une pointe de spatule d'acide paratoluène sulfonique (solide)
  - 2 grains de pierre ponce
- Fixer le ballon au réfrigérant à eau vertical, et mettre en route la circulation d'eau.
- Mettre en marche le chauffe ballon au maximum puis maintenir une ébullition douce pendant 30 min.

**Remarque:** l'acide paratoluène sulfonique est un acide totalement dissocié en solution: il donne donc des ions  $H^+$ . Il remplace avantageusement l'acide sulfurique (généralement utilisé) en évitant la carbonisation de l'ester pendant le chauffage.

- Dessiner **soigneusement** le schéma du montage expérimental et **légender le**.
- Pourquoi chauffe-t-on ?
- A quoi sert le réfrigérant à eau (condenseur) ? Que se passerait-il en son absence ? Justifier alors le nom de "chauffage à reflux" donné au montage.
- Écrire l'équation de la synthèse de cet ester en utilisant les formules semi-développées.
- Calculer les quantités initiales des réactifs (voir tableau en fin de TP) puis établir le tableau d'avancement de la réaction.
- Déterminer le réactif limitant.
- Calculer la masse théorique d'ester que l'on pourrait espérer obtenir si la réaction d'estérification était totale.

### III. EXTRACTION DE L'ESTER FORME

#### 1) Relargage et décantation

- Au bout de 30 min, arrêter le chauffage et descendre de quelques cm le chauffe ballon. Laisser refroidir le ballon à l'air quelques minutes en laissant la circulation d'eau. (Attention le ballon est brûlant !).
- Retirer le ballon et y ajouter environ 50 mL de solution saturée de chlorure de sodium ( $Na^+$ ,  $Cl^-$ ). Cette opération est appelée *relargage*. Agiter.
- Placer le mélange dans une ampoule à décanter (ne pas introduire les grains de pierre ponce et faire remonter les éventuelles bulles)
  - Faire un schéma de l'ampoule à décanter avec les deux phases qui apparaissent.
  - Quel est l'intérêt du relargage ?
  - En vous servant du tableau, indiquer ce que contiennent les phases aqueuse et organique et leur position.
- Éliminer la phase aqueuse, en la recueillant dans un récipient.

#### 2) Lavage dans une solution d'hydrogénocarbonate de sodium: $NaHCO_3$

- Le relargage a permis d'éliminer la plus grande partie de l'acide éthanoïque du mélange réactionnel mais la phase organique en contient encore un peu. Ajouter *lentement* à la phase organique environ 50 mL d'une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium jusqu'à la fin du dégagement de  $CO_2$ . Ne pas boucher l'ampoule à décanter quand elle est droite et ouvrir le robinet quand elle est renversée pour l'agitation.
  - L'ion  $HCO_3^-$  est la base du couple ( $CO_2$ ,  $H_2O$  /  $HCO_3^-$ ). Écrire l'équation de la réaction entre l'ion hydrogénocarbonate et l'acide éthanoïque. Quel est le rôle de l'ion  $HCO_3^-$  ?
  - Que contient la phase aqueuse ? Que contient la phase organique ?
- Éliminer la phase aqueuse (phase du bas).

#### 3) Séchage et pesée

- Recueillir la phase organique dans un petit pot en verre *sec*.
- Ajouter une spatule de sulfate de magnésium anhydre en poudre. Agiter.
- Peser un erlemeyer *sec*. Recueillir la phase organique dans l'erlenmeyer (phase limpide très odorante).
- Peser de nouveau l'erlenmeyer et en déduire la masse d'ester brut formé.
  - Que signifie le mot « anhydre » ? Quel est le rôle du sulfate de magnésium anhydre ?
  - Calculer le rendement de la réaction. Conclusion ?

Nom	Masse molaire M en $g \cdot mol^{-1}$	Masse volumique $\mu$ en $g \cdot cm^{-3}$	$T_{ebullition}(^{\circ}C)$	Solubilité dans une solution ionique
Acide éthanoïque	60	1,05	118	Grande
3-méthylbutan-1-ol	88	0,81	128,5	Faible
Ethanoate de 3- méthylbutyle	130	0,87	142	Très Faible
Ion $CH_3COO^-$				Très Grande

## SYNTHESE D'UN ESTER: l'éthanoate de 3-méthylbutyle

### • Paillasse élève:

- chauffage à reflux: pied élévateur, chauffe-ballon, ballon à fond rond + valet, réfrigérant vertical
- **8,0 mL** de 3-méthylbutan-1-ol pur dans tube à essai vissé fermé (attention !)
- **10,0 mL** d'acide éthanoïque pur dans tube à essai vissé fermé (attention !)
- acide paratoluène sulfonique sans pilulier (solide)
- pierre ponce
- erlenmeyer 250 mL
- éprouvette graduée 100 mL
- 3 pôts en verre
- spatule métallique
- ampoule à décanter avec support

### • Paillasse prof:

- solution de chlorure de sodium saturée
- solution d'hydrogénocarbonate de sodium
- sulfate de magnésium anhydre