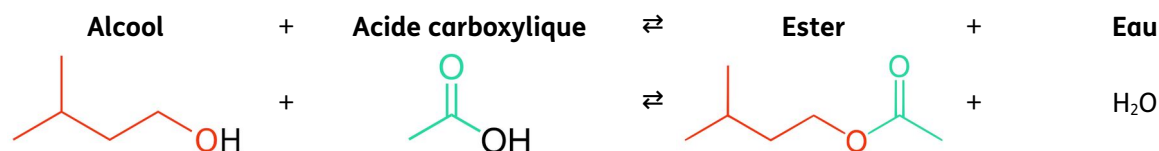


L'acétate d'isoamyle est un ester à l'odeur de banane verte qui peut être obtenu par une estérification de Fischer, dont les réactifs sont l'acide éthanóique et l'alcool isoamylique.



L'estérification peut être optimisée car c'est un équilibre que l'on peut « déplacer » en éliminant l'un des produits au fur et à mesure de sa formation.

1. Synthèse sans Dean-Stark : rendement théorique

On réalise un mélange réactionnel avec $V_1 = 6$ mL d'acide éthanóique, un volume V_2 d'alcool isoamylique et une pointe de spatule d'APTS.

1. Établir à partir des données l'expression littérale du volume V_2 d'alcool pour que le mélange réactionnel soit dans les proportions stœchiométriques. Calculer V_2 .

2. L'APTS est utilisé comme catalyseur : préciser le rôle d'un catalyseur.

À l'issue de la réaction, on obtient une masse $m = 6,8$ g d'ester.

3. Définir et calculer le rendement de la synthèse.

2. Synthèse avec Dean-Stark

Un appareil de Dean-Stark permet de séparer l'eau formée lors d'une synthèse du reste du milieu réactionnel, par distillation en présence de cyclohexane. Le cyclohexane et l'eau formée, non miscibles à l'état liquide, forment un mélange qui distille à basse température, et s'accumule dans le tube décanteur de Dean-Stark.

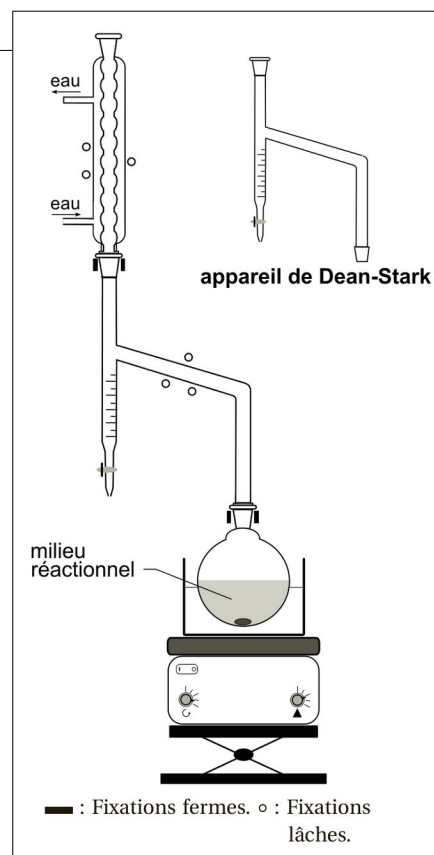
1. Indiquer sur un schéma les positions relatives des deux phases dans le tube décanteur de Dean-Stark.

2. L'eau est éliminée du ballon au fur et à mesure de sa formation. Expliquer l'intérêt du Dean-Stark. (Un axe horizontal gradué en Q_r peut être utile)

Manipulation

- Tarer un ballon contenant quelques grains de pierre ponce.
- Y introduire 12 mL de 3-méthylbutan-1-ol. (L'alcool est en léger excès pour réaliser ce protocole raccourci)
- Ajouter (pas plus de) 6 mL d'acide éthanóique pur et 0,5 g d'acide para-toluène-sulfonique (APTS)
- Ajouter enfin 20 mL de cyclohexane.

• Réaliser le montage de Dean-Stark, en y ajoutant du cyclohexane en sorte que le niveau affleure le tube coudé descendant (environ 20 mL) Calorifuger à l'aide de papier aluminium.



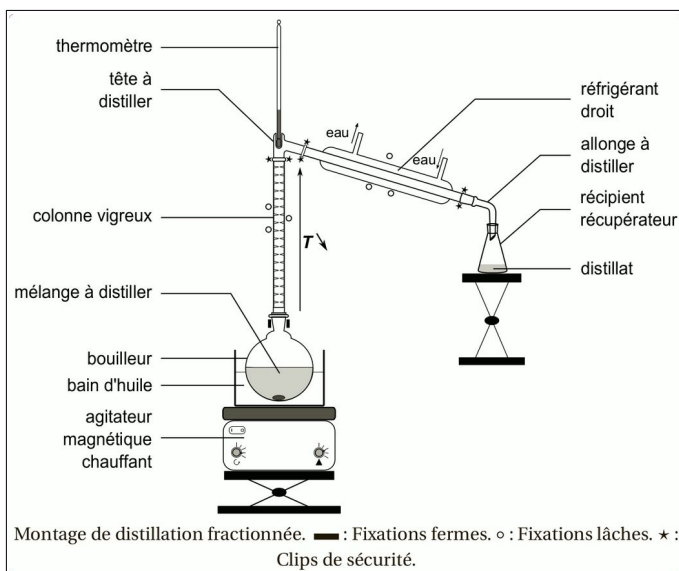
• Chauffer le mélange à reflux. Lorsque la distillation azéotropique semble terminée (30 min.) poursuivre le reflux pendant 5 min. Laisser refroidir.

• Lorsque l'on peut manipuler le montage sans se brûler, remplacer le Dean-Stark et le réfrigérant à boules par un montage de distillation fractionnée, afin d'éliminer le cyclohexane. Utiliser pour cela une colonne Vigreux et un réfrigérant droit.

↳ Lorsque tout le cyclohexane est éliminé, peser le ballon contenant l'acétate d'isoamyle.

• Noter la masse d'ester recueilli.

3. Vérifier l'intérêt de cette méthode par rapport à la précédente en calculant son rendement.



Données

	Acide éthanoïque	3-méthylbutan-1-ol	Acétate d'isoamyle	Cyclohexane
Formules	CH ₃ COOH	C ₅ H ₁₂ O	C ₇ H ₁₄ O ₂	C ₆ H ₁₂
Ébullition (° C)	117,9	132	142	81 °C
Masse molaire (g·mol⁻¹)	60,05	88,15	130,18	84,16
Densité	1,05	0,81	0,87	0,78
Pictogrammes				
DANGER : phrases H	Liquide et vapeurs inflammables. Provoque des brûlures de la peau et de graves lésions des yeux.	Liquide et vapeurs inflammables. Nocif par inhalation. Peut irriter les voies respiratoires.	Liquide et vapeurs inflammables.	Liquide et vapeurs très inflammables. Peut-être mortel en cas d'ingestion et de pénétration dans les voies respiratoires. Provoque une irritation cutanée. Peut provoquer somnolence ou vertiges. Très toxique pour les organismes aquatiques, entraîne des effets néfastes à long terme.