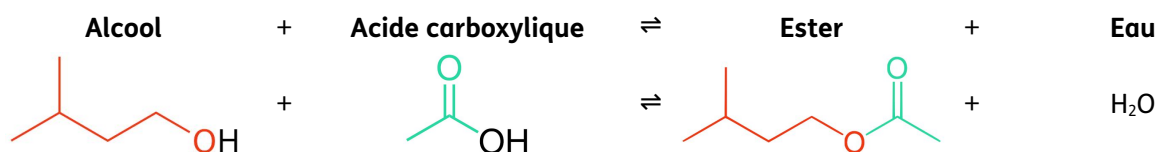


	APP	ANA	REA	VAL	COM	SECU

1. L'estérification

• L'estérification est une synthèse chimique au cours de laquelle un acide carboxylique réagit avec un alcool pour former un ester et de l'eau.



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.

2.0 Appareil de Dean & Stark

• L'appareil de Dean-Stark est un montage qui permet d'éliminer l'eau du milieu réactionnel au fur et à mesure de sa formation.

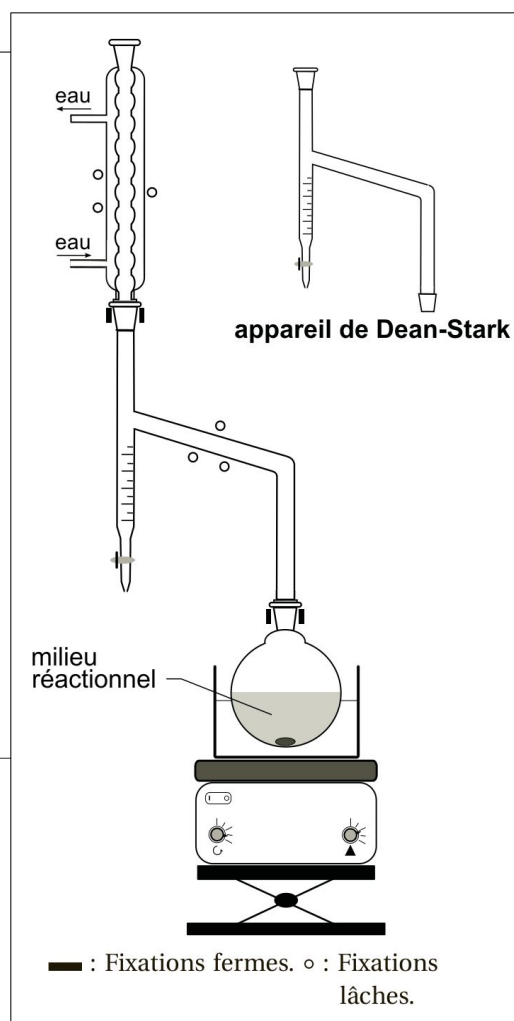
• Dans le ballon, on place le milieu réactionnel auquel on ajoute un solvant organique, ici du cyclohexane. Le chauffage du milieu réactionnel entraîne la formation d'un composé mixte (cyclohexane + eau) de température d'ébullition inférieure à celles de tous les autres constituants du mélange.

Ce composé monte dans le Dean-Stark puis dans le réfrigérant, il se liquéfie et se retrouve dans le tube vertical gradué préalablement rempli avec du cyclohexane.

La séparation eau-cyclohexane se produit : l'eau est plus dense que le cyclohexane, elle tombe au fond du tube. Le cyclohexane retourne dans le ballon lorsque le tube vertical est rempli.

2.1. Synthèse

- Introduire dans un ballon sec environ précisément 8,81 g de 3-méthylbutan-1-ol.
- Ajouter 8,6 mL d'acide éthanoïque pur.
- Ajouter 20 mL de cyclohexane.
- Ajouter 0,5 g d'acide para-toluène-sulfonique (APTS)
- Ajouter quelques grains de pierre ponce pour réguler l'ébullition.



- 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 azeotropique semble terminée (30 min.) poursuivre le reflux pendant 5 min. puis laisser refroidir à température ambiante, en maintenant la circulation d'eau.

2.2. Neutralisation du milieu réactionnel

- Récupérer dans le ballon le contenu du tube décanteur.
- Introduire alors dans le ballon 25 mL d'une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium.



Il y a une forte effervescence, due à la formation de dioxyde de carbone.

- Agiter prudemment pour éliminer le dioxyde de carbone qui se forme.
- Lorsque le dégagement gazeux devient négligeable, transvaser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter en retenant la pierre ponce. Agiter, décanter puis éliminer la phase aqueuse.
- Vérifier le caractère basique de la phase aqueuse à l'aide de papier pH. Sinon, recommencer.

2.3. Relargage du produit formé

- Ajouter environ 30 mL d'eau salée saturée dans l'ampoule, agiter modérément, décanter.
- Éliminer la phase aqueuse dans le verre à pied poubelle.
- Recueillir la phase organique dans un erlenmeyer propre et sec.

2.4. Séchage de la phase organique

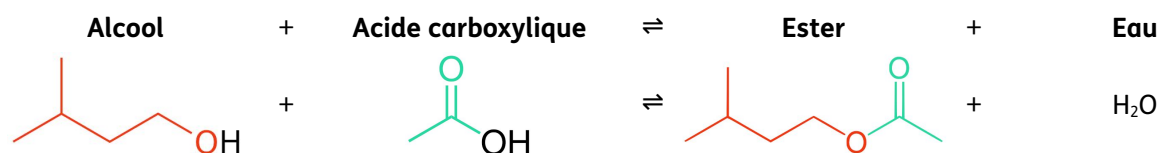
- Ajouter une spatule de sulfate de magnésium anhydre, agiter à l'aide d'un mouvement tournant.
↳ Si le temps le permet utiliser un agitateur magnétique.
- Recommencer tant que le liquide n'est pas trouble à l'agitation. (Le sulfate de magnésium anhydre s'agrège en présence d'eau.)
- Effectuer une filtration simple pour éliminer la phase solide.
- Recueillir enfin la phase organique dans un ballon propre, sec et préalablement taré.

2.5. Élimination du solvant par distillation

- Réaliser un montage de distillation pour éliminer le cyclohexane, sans oublier la pierre ponce.
↳ Lorsque tout le cyclohexane est éliminé, peser le ballon contenant l'acétate d'isoamyle.
- Noter la masse d'ester recueilli.

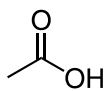
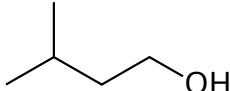
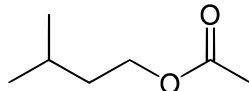



3.1. Rendement

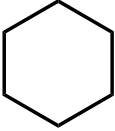
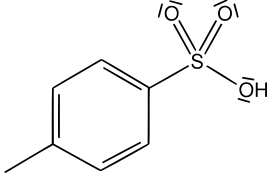
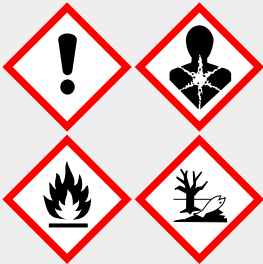

- Que signifie « environ précisément » ? Noter la masse d'alcool introduite : $m(\text{alcool}) = \dots\dots\dots$ g.
- Calculer les quantités de matière de réactifs introduites dans le ballon. On rappelle la relation entre la masse m , le volume V et la densité d : $m = d \times \rho_0 \times V$ avec $\rho_0 = 1 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$.
- Quel est le réactif en défaut ?



- Donner la composition du brut réactionnel, obtenu après le reflux. Justifier alors les différents traitements appliqués au brut ; à la phase organique.
- Déterminer la masse théorique maximale d'acétate d'isoamyle que l'on pourrait former si la réaction était totale.
- En déduire le rendement de votre synthèse.

Données de sécurité

	Acide éthanoïque	3-méthylbutan-1-ol	Acétate d'isoamyle
Formules	CH ₃ COOH	C ₅ H ₁₂ O	C ₇ H ₁₄ O ₂
			
Ébullition (° C)	117,9	132	142
Fusion (° C)	16,64	- 117	- 79
Densité	1,05	0,809	0,87
Solubilité (25 °C)	Miscible à l'eau, alcool, acétone, etc. ...	Faible dans l'eau : 30 g·L ⁻¹ .	Faible dans l'eau : 2 g·L ⁻¹ .
Aspect	Liquide incolore	Liquide incolore	Liquide incolore
Pictogrammes			
Avertissement	Danger	Attention	Attention
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.
PRUDENCE/ Prévention : phrases P200	Porter des gants de protection / des vêtements de protection / un équipement de protection des yeux / du visage. Tenir à l'écart de la chaleur.	Tenir à l'écart de la chaleur.	Conserver à l'écart de la chaleur.

	Cyclohexane	APTS	
Formules	C ₆ H ₁₂	C ₇ H ₈ O ₃ S	
			
Ébullition (° C)	81 °C	185 à 187	
Fusion (° C)	6,47 °C	106	
Densité	0,7786	1,24	
Solubilité (25 °C)	Nulle à l'eau. Alcool, éther, acétone.	750 g·L ⁻¹ dans l'eau.	
Aspect	Liquide incolore	Paillettes blanches	
Pictogrammes			
Avertissement	Danger	Attention	
DANGER : phrases H	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.	Provoque une irritation cutanée. Provoque une sévère irritation des yeux. Peut irriter les voies respiratoires.	
PRUDENCE/ Prévention : phrases P200	Tenir à l'écart de la chaleur, des surfaces chaudes, des étincelles, des flammes nues et de toute autre source d'inflammation. Ne pas fumer. Mise à la terre/liaison équipotentielle du récipient et du matériel de réception. Éviter le rejet dans l'environnement.		