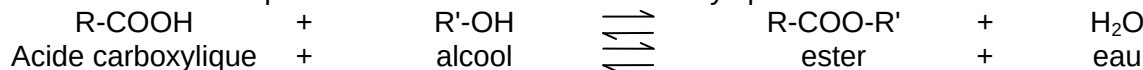


TS- Activité expérimentale : Autour d'une estérification, rendement et purification

Les esters sont obtenus par réaction entre un acide carboxylique R-COOH et un alcool R'-OH selon l'équation :



Les ions H_3O^+ catalysent cette réaction

Cette réaction d'estérification est lente et limitée comme la réaction inverse entre l'ester et l'eau qui s'appelle une hydrolyse.

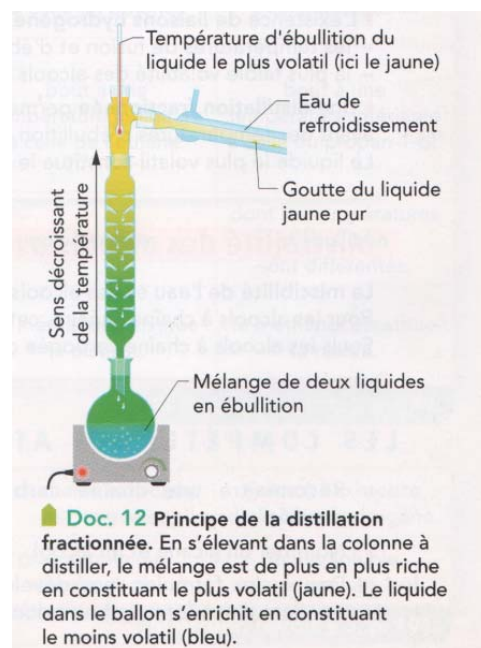
Dans le cas d'un mélange équimolaire d'alcool primaire et d'acide carboxylique, on obtient 67 % d'ester.

I. Séparer les deux constituants liquides d'un mélange homogène.

Le liquide obtenu après les étapes de synthèse de l'acétate d'isoamyle n'est pas pur.

Nous allons réaliser une **distillation fractionnée**.

Composé	Température d'ébullition (°C)	Pictogrammes de sécurité
acide éthanoïque	118	 
3-méthylbutan-1-ol	128,5	 
éthanoate de 3-méthylbutyle	142	



- Expliquer à quoi va servir cette distillation ainsi que son principe de fonctionnement
- Schématiser un montage à distillation et le légender.
- Comment pourrait-on vérifier la pureté de l'ester obtenu ? Citer au moins une technique.

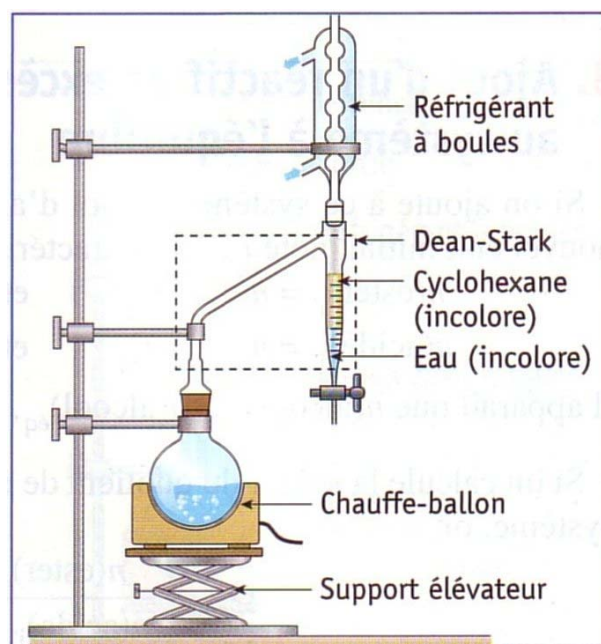
II. Augmenter le rendement d'une estérification

La réaction d'estérification est limitée car l'ester formé réagit avec l'eau formée également pour redonner l'alcool et l'acide. Les deux réactions estérification et hydrolyse ont lieu simultanément dans le ballon et l'état final est un état d'équilibre dans lequel les 4 espèces chimiques : acide, alcool, ester et eau sont présentes.

On reprend la même synthèse en remplissant le Dean Stark de cyclohexane, solvant apolaire de densité 0,78 qui n'intervient pas dans la réaction chimique.

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.

- Chercher sur internet le fonctionnement du montage Dean Stark
- lien : <http://clemspcreims.free.fr/chimie-montage/Dean-Stark.html>
- Vidéo fonctionnement : <https://www.youtube.com/watch?v=oxRybMWYcG4>



- et expliquer comment ce montage permet d'améliorer le rendement de cette réaction d'estérification.
- Est-il possible de savoir facilement quand la réaction est terminée ?
- Comment peut-on estimer la quantité de produit formé ?
- Calculer le volume d'eau attendu pour 10g d'alcool isoamylique.

III. Analyse RMN ^1H de l'acétate d'isoamyle.

a) Etude préliminaire

Sont fournis en annexe 1 trois spectres RMN ^1H correspondant aux deux réactifs et au produit principal de la synthèse de l'acétate d'isoamyle, chacune des espèces étant pure.

- Indiquer pour chaque spectre à quelle espèce chimique il correspond
- Pour chaque groupe de pics, indiquer sa multiplicité et en déduire le nombre d'hydrogènes voisins
- Représenter les molécules concernées en formule semi-développée.
- Affecter chaque pic à un groupe d'hydrogène des formules (par exemple à l'aide de lettres)

b) Etude du produit brut

On donne le spectre RMN ^1H du produit brut obtenu avant distillation.

- Comment peut-on justifier à partir du spectre que le produit n'est pas pur ?
- Indiquer pour chaque réactif, son taux par rapport au produit final ($\frac{n_{\text{réactif}}}{n_{\text{produit}}}$) en remplissant le tableau suivant

En analysant les chiffres d'intégration des pics **spécifiques** de chaque espèce, on peut trouver les proportions des composants du mélange :

Pic ou massif de l'	Déplacement chimique (ppm)	Intégration dans le spectre de l'espèce : e	Intégration dans le spectre du mélange : m	Rapport m/e
Ester	2,2 (H du CH_3 -associé au COOR de l'ester)	3		
Alcool	3,6 (H du groupe OH de l'alcool)	1		
Acide	11(H du groupe OH de l'acide)	1		

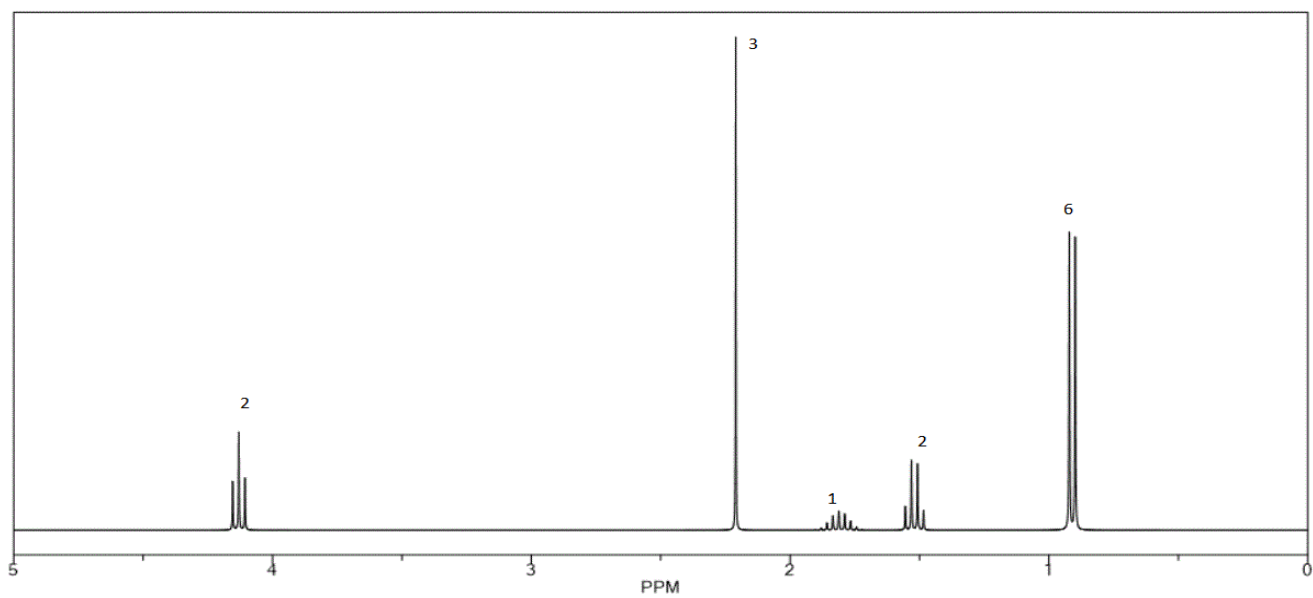
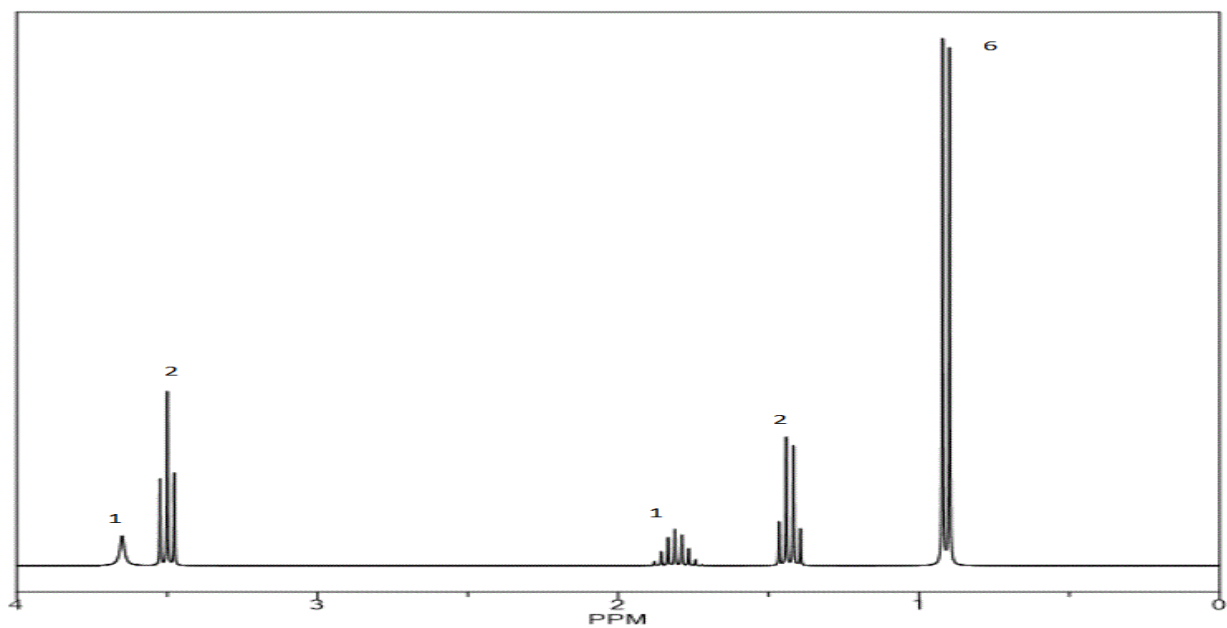
On en déduit que dans le mélange on afois plus d'ester que d'alcool ou d'acide d'où :

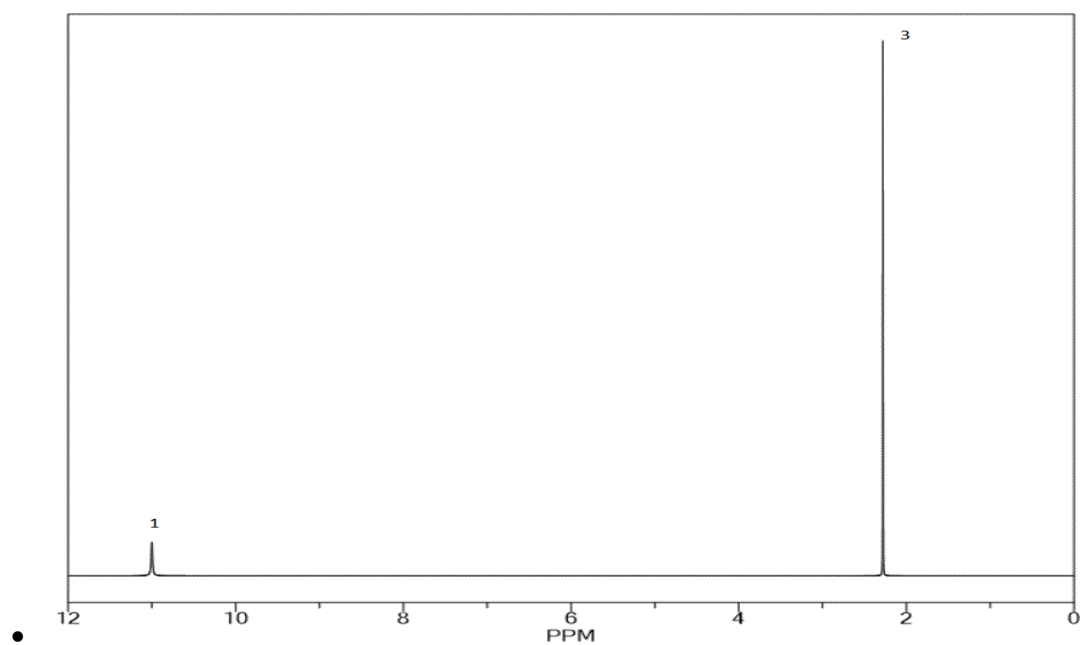
$$\frac{n_{\text{acide}}}{n_{\text{ester}}} = \frac{n_{\text{alcool}}}{n_{\text{ester}}} = \frac{\dots\dots\dots}{\dots\dots\dots}$$

- En déduire, en utilisant les proportions ci dessus, le rendement de la réaction.

$$r = \frac{n_{\text{ester(obtenue)}}}{n_{\text{ester(théorique)}}} = \frac{n_{\text{ester(obtenue)}}}{n_{\text{ester(obtenue)}} + n_{\text{alcool(resistante)}} =$$

Annexe 1





Annexe 2

