

## TP 14

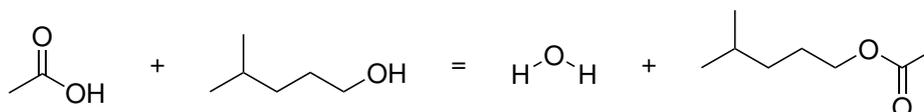
## SYNTHÈSE DE L'ACÉTATE D'ISOAMYLE

	 fiche(s) TP à maîtriser	 	 à préparer en amont
4 heures	• Fiche n° 8 : montage à reflux	Blouse et lunettes tout le TP	-

## PROGRAMME OFFICIEL :

Notions et contenus	Capacités exigibles
Transformations à chaud, à froid, à température ambiante. Contrôle et régulation de la température du milieu réactionnel.	Choisir la verrerie adaptée à la transformation réalisée et aux conditions opératoires mises en œuvre. Réaliser le ou les montages appropriés et en expliquer le principe et l'intérêt.
Suivi de l'évolution de la transformation.	Mettre en œuvre des méthodes permettant de suivre qualitativement ou quantitativement l'avancement de la transformation.
Séparation de deux liquides non miscibles.	Réaliser une extraction liquide-liquide. Identifier la nature des phases dans une ampoule à décanter. Distinguer extraction et lavage d'une phase.

Au cours de cette activité expérimentale, on s'intéresse à l'acétate d'isoamyle par réaction d'estérification de FISCHER.



## Matériel à disposition :

- chauffe ballon + support élévateur
- pincettes
- ballon (50 mL)
- éprouvettes graduées de 10 et 50 mL
- entonnoir à solide
- fiole à vide + entonnoir BÜCHNER
- cristalliseur
- thermomètre
- baguette en verre



## Produits à disposition :

- acide salicylique
- anhydride éthanóïque
- acide sulfurique concentré ( $\approx 18 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ )
- eau distillée

**Partie du cours à revoir pour ce TP :** estérification de FISCHER (chapitre ORGA2).

## OBJECTIF(S) DU TP :

- Synthétiser de l'acétate d'isoamyle, le purifier et le caractériser.

## I. Synthèse

### Protocole à suivre

- ☞ Munir un ballon bicol de 250 mL d'une olive aimantée, d'un thermomètre et, sur le col principal, d'un appareil de DEAN-STARK. Compléter le bras latéral du DEAN-STARK par du cyclohexane.
- ☞ Surmonter le DEAN-STARK d'un réfrigérant à boules. Compte-tenu du poids important du montage, disposer *exceptionnellement* une pince à fixation ferme au niveau du DEAN-STARK. Si possible, fixer également le réfrigérant à l'aide d'une fixation ferme.

Appeler le professeur (appel 1)

- ☞ Introduire dans le ballon :
  - \* 12,0 mL d'acide éthanoïque pur (« acide acétique glacial »);
  - \* 20,0 mL d'alcool isoamylique (quantité stœchiométrique);
  - \* 20 mL de cyclohexane;
  - \* une dizaine de gouttes d'acide sulfurique concentré.
- ☞ À l'aide de papier d'aluminium, **isoler thermiquement** si possible le bras principal de l'appareil de DEAN-STARK. **Chauffer** le mélange à reflux.
- ☞ **Relever** le volume de phase aqueuse collectée dans le bras latéral du DEAN-STARK toutes les trois minutes environs, afin de suivre l'évolution de la réaction.
- ☞ **Stopper** la réaction lorsque celle-ci a atteint la conversion maximale.

## II. Traitement

### Protocole à suivre

- ☞ Réaliser trois lavages successifs avec :
  - \*  $2 \times 20$  mL d'une solution saturée de carbonate de sodium (environ  $2,9 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ). **Attention aux surpressions.**
  - \* 20 mL d'une solution saturée de chlorure de sodium (environ  $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ).

Appeler le professeur (appel 2)

- ☞ Réaliser le séchage de la phase organique à l'aide de sulfate de magnésium anhydre.

### III. Purification

#### Protocole à suivre

- ☞ **Transférer** la phase organique séchée dans un ballon à distiller, ajouter deux grains de pierre ponce. **Distiller** le mélange obtenu en contrôlant une ébullition modérée. Surveiller la température en haut de la colonne à distiller. *A priori*, un premier palier de température est obtenu aux alentours de 80 °C, puis un nouveau vers 140 °C.
- ☞ **Récupérer** et **peser** l'ester.

### IV. Caractérisations

#### Protocole à suivre

- ☞ Relever la température d'ébullition de l'ester distillé.
- ☞ Mesurer l'indice de réfraction de l'ester purifié.
- ☞ Réaliser une CCM sur plaque de silice :
  - \* Éluant : cyclohexane/acétate d'éthyle 70/30.
  - \* Révélation : sous lampe UV.

### V. Exploitation des résultats - compte rendu

#### Dans le compte-rendu :

- Schémas légendés des montages mis en œuvre.
- Mécanisme de la réaction.
- Calcul du rendement de synthèse.
- Justification de toutes les étapes de synthèse et traitement.
- Analyse du contrôle de pureté par CCM, justification des ordres d'élution pour les différentes espèces chimiques.
- Analyse du spectre RMN <sup>1</sup>H du produit fourni en annexe.

#### À la fin du TP, je dois savoir...

- ☞ Mettre en œuvre un montage à reflux surmonté d'un appareil de DEAN-STARK.
- ☞ Effectuer le lavage d'une phase organique et justifier les étapes de cette opération.

# Annexe

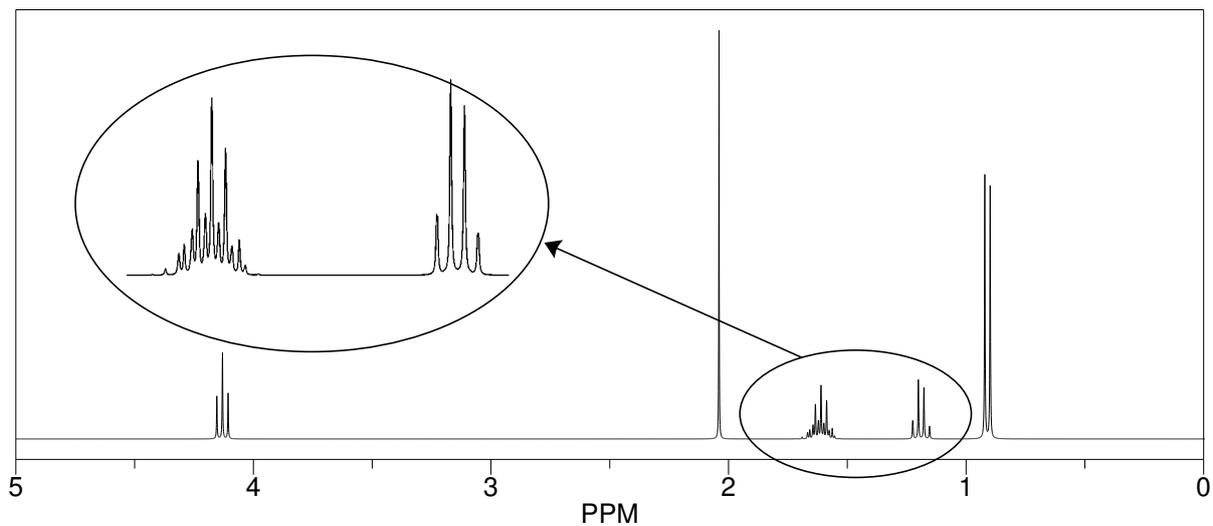


FIGURE 1 – Spectre RMN  $^1\text{H}$  de l'acétate d'isoamyle.

## Sécurité

produit	pictogrammes de sécurité	phrases de risque H
<p><b>alcool isoamylique</b>  <b>(C<sub>7</sub>H<sub>16</sub>O)</b>  <i>3-méthylbutan-1-ol</i>  <math>M = 84,1 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}</math>  <math>T_{\text{éb}} = 132 \text{ } ^\circ\text{C}</math>  <math>d = 0,8</math></p>		<p>H226 - Liquide et vapeurs inflammables            H315 - Provoque une irritation cutanée            H332 - Nocif par inhalation            H335 - Peut irriter les voies respiratoires</p>
<p><b>acide éthanoïque</b>  <b>(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)</b>  <math>M = 60,0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}</math>  <math>T_{\text{éb}} = 117,9 \text{ } ^\circ\text{C}</math>  <math>d = 1,05</math></p>		<p>H226 - Liquide et vapeurs inflammables            H314 - Provoque de graves brûlures de la peau et de graves lésions des yeux</p>
<p><b>acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</b>  <math>M = 98,08 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}</math>  <math>\text{p}K_{a,1} = -3, \text{p}K_{a,2} = 1,9</math></p>		<p>H314 - Provoque de graves brûlures de la peau et de graves lésions des yeux.</p>

## Sécurité

produit	pictogrammes de sécurité	phrases de risque H
<p><b>acétate d'isoamyle</b>  <b>(C<sub>7</sub>H<sub>14</sub>O<sub>2</sub>)</b>  <i>M</i> = 130,2 g · mol<sup>-1</sup>  <i>T</i><sub>éb</sub> = 142 °C</p>		<p>H226 - Liquide et vapeurs inflammables</p>
<p><b>cyclohexane (C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>)</b>  <i>M</i> = 84,2 g · mol<sup>-1</sup>  <i>d</i> = 0,78  <i>T</i><sub>éb</sub> = 81 °C                      non miscible à l'eau                      miscible avec les alcools</p>	   	<p>H226 - Liquide et vapeurs inflammables                      H304 - Peut être mortel en cas d'ingestion et de pénétration dans les voies respiratoires                      H315 - Provoque une irritation cutanée                      H336 - Peut provoquer somnolence ou vertiges                      H410 - Très toxique pour les organismes aquatiques, entraîne des effets néfastes à long terme</p>