

Manipulation N°3

Hydrolyse basique d'un ester : Détermination du produit d'hydrolyse

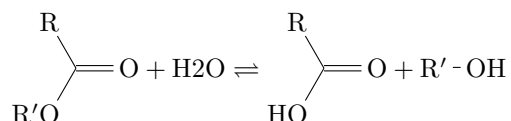
Lucien Sevault Wolber et Marc Prince

05/12/24

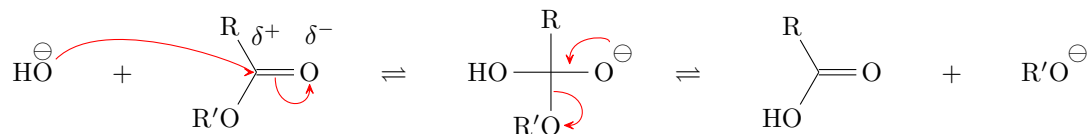
1. Introduction

L'objectif de ce TP est de déterminer le produit d'hydrolyse entre un ester inconnu et l'hydroxyde de potassium. Pour ce faire, nous utiliserons différentes techniques comme la RMN ^1H , la spectrométrie de masse ou la spectroscopie infrarouge.

2. Écrire l'équation bilan générale de la réaction d'hydrolyse basique d'un ester.



3. Écrire le mécanisme de la réaction d'hydrolyse basique d'un ester.



Explication du mécanisme : Nous sommes en milieu basique il y a donc présence de OH^- . L'oxygène de l'hydroxyde attaque l'ester pour former un carbocation et créer un O^- . Le carbocation récupère son électron sur le O^- ce qui provoque la séparation du groupement $\text{R}'\text{O}$.

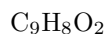
4. Pourquoi faut-il acidifier le milieu réactionnel par HCl en fin de réaction ?

Il faut acidifier le milieu réactionnel par HCl en fin de réaction car puisque l'on fait la réaction en milieu basique, on obtient la base conjuguée du produit d'hydrolyse.

5. À l'aide de l'analyse centésimale et de la spectrométrie de masse, déterminer la formule brute du produit d'hydrolyse.

$$\begin{aligned} \frac{\%C}{100} &= \frac{x_C M_C}{M} \\ x_C &= \frac{\%C \cdot M}{M_C \times 100} = \frac{72,97 \times 148}{12 \times 100} = 9 \\ \frac{\%H}{100} &= \frac{x_H M_H}{M} \\ x_H &= \frac{\%H \cdot M}{M_H \times 100} = \frac{5,41 \times 148}{1 \times 100} = 8 \\ \frac{\%O}{100} &= \frac{x_O M_O}{M} \\ x_O &= \frac{\%O \cdot M}{M_O \times 100} = \frac{21,62 \times 148}{16 \times 100} = 2 \end{aligned}$$

La formule brute du produit d'hydrolyse est :



6. À l'aide du spectre infrarouge et de la RMN ^1H du produit d'hydrolyse, déterminer sa formule développée.

Sur le spectre infrarouge :

On a un pic à 1686cm^{-1} qui correspondrait à un acide carboxylique.

On a un pic à 1631cm^{-1} qui correspondrait à un alcène.

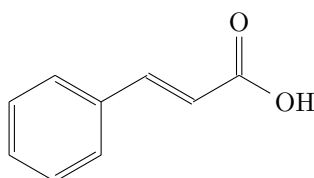
On a un pic à 3027cm^{-1} qui correspondrait à un CH d'aromatique.

Sur la RMN ^1H :

On a deux doublets, supposément un alcène $\text{>C}=\text{C}<$

Les hydrogènes restants forment certainement un aromatique.

On trouve la formule développée suivante :



7. Vérifier que le produit d'hydrolyse que vous proposez est cohérent à l'aide du point de fusion mesuré.

On trouve un point de fusion de 139°C ce qui est cohérent avec le produit d'hydrolyse trouvé (Température théorique de 135°C).

8. À l'aide du spectre RMN ^1H de l'ester de départ, déterminer sa formule développée.

On suppose qu'il y a un groupement ester.

On a un doublet, supposément un alcène $\text{CH}=\text{CH}<$

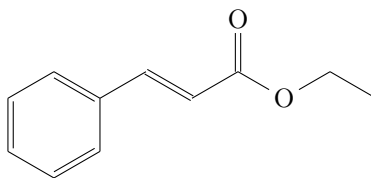
On a un autre doublet, supposément un alcène $\text{C}-\text{CH}=\text{CH}-\text{C}$

On a un triplet à 1,4ppm, supposément un saturé primaire CH_3-CH_2

On a un quadruplet, supposément un saturé secondaire $\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_3$

Les hydrogènes restants forment certainement un aromatique.

On trouve la formule développée suivante :



9. De quel stéréoisomère s'agit-il ? Cis ou trans ? Pourquoi ?

Il s'agit d'un diastéréoisomère trans car par rapport à la double liaison les deux groupes ne seront pas du même côté (la molécule sera plus stable dans cette configuration).

10. Retrouver le nom de cet ester.

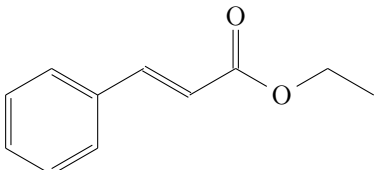
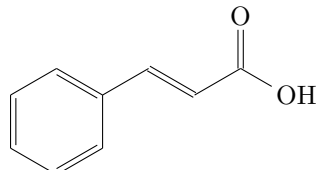
Le nom de cet ester est : Cinnamate d'éthyle.

11. Calcul du rendement de l'hydrolyse. Détailler les calculs.

$$r = \frac{m_{\text{expérimentale}}}{m_{\text{théorique}}} \times 100 = \frac{1,57}{1,68128} \times 100 = 93,3\%$$

On trouve un rendement de l'hydrolyse $r = 93,3\%$.

12. Compléter le tableau ci-après et le joindre au compte-rendu.

		KOH	
Nom du composé	Cinnamate d'éthyle	Hydroxyde de potassium KOH	Acide cinnamique
Formule brute	$C_{11}H_{12}O_2$		$C_9H_8O_2$
Masse molaire (g/mol)	176g/mol	56,1g/mol	148g/mol
Densité ou masse volumique (g/mL)	1,05g/mL	2,044g/mL	1,2475g/mL
Point de fusion (mp)	6°C	380°C	135°C
Point d'ébullition (T_{eb})	271°C	1324°C	300°C
Masse ou volume engagé	2g	2g	
Quantité de matière engagée en mol	0,01136mol	0,03565mol	0,01136mol
Nombre d'équivalent	1	3,1382	
Masse théorique attendue			1,68128g

Détail des calculs : $M_{\text{ester}} = x_C M_C + x_H M_H + x_O M_O = 11 \times 12 + 12 \times 1 + 2 \times 16 = 176\text{g/mol}$

$M_{\text{potassium}} = x_K M_K + x_O M_O + x_H M_H = 1 \times 39,1 + 1 \times 16 + 1 \times 1 = 56,1\text{g/mol}$

$M_{\text{produit}} = x_C M_C + x_H M_H + x_O M_O = 9 \times 12 + 8 \times 1 + 2 \times 16 = 148\text{g/mol}$

$m_{\text{ester}} = 2\text{g}$ (Données du TP)

$m_{\text{potassium}} = 2\text{g}$ (Données du TP)

$$V_{\text{potassium}} = \frac{m_{\text{potassium}}}{\rho_{\text{potassium}}} = \frac{2}{2,044} = 0,9785\text{mL}$$

$$V_{\text{ester}} = \frac{m_{\text{ester}}}{\rho_{\text{ester}}} = \frac{2}{1,05} = 1,905\text{mL}$$

$$n_{\text{ester}} = \frac{m_{\text{ester}}}{M_{\text{ester}}} = \frac{2}{176} = 0,01136\text{mol}$$

$$n_{\text{potassium}} = \frac{m_{\text{potassium}}}{M_{\text{potassium}}} = \frac{2}{56,1} = 0,03565\text{mol}$$

$n_{\text{produit}} = n_{\text{ester}} = 0,01136\text{mol}$ (Car la réaction est limitée par le cinnamate d'éthyle)

Pour calculer le nombre d'équivalent, on prend comme référence le facteur limitant, c'est à dire le cinnamate d'éthyle.

$$Q_{\text{ester}} = \frac{n_{\text{ester}}}{n_{\text{ester}}} = 1$$

$$Q_{\text{potassium}} = \frac{n_{\text{potassium}}}{n_{\text{ester}}} = \frac{0,03565}{0,01136} = 3,1382$$

$$m_{\text{produit}} = n_{\text{produit}} \rho_{\text{produit}} = 0,01136 \times 148 = 1,68128\text{g}$$

13. Conclusion

Pour conclure, lors de ce TP, nous avons pu observer l'inverse d'une réaction d'estérification, la réaction d'hydrolyse (ou saponification car on est en milieu basique). On a pu observer que la RMN ^1H , la spectrométrie de masse et la spectroscopie infrarouge permettait bien d'identifier les différentes molécules manipulées.