

Séquence n°14

Des synthèses avec de meilleurs rendements

Fiches liées à cette séquence :

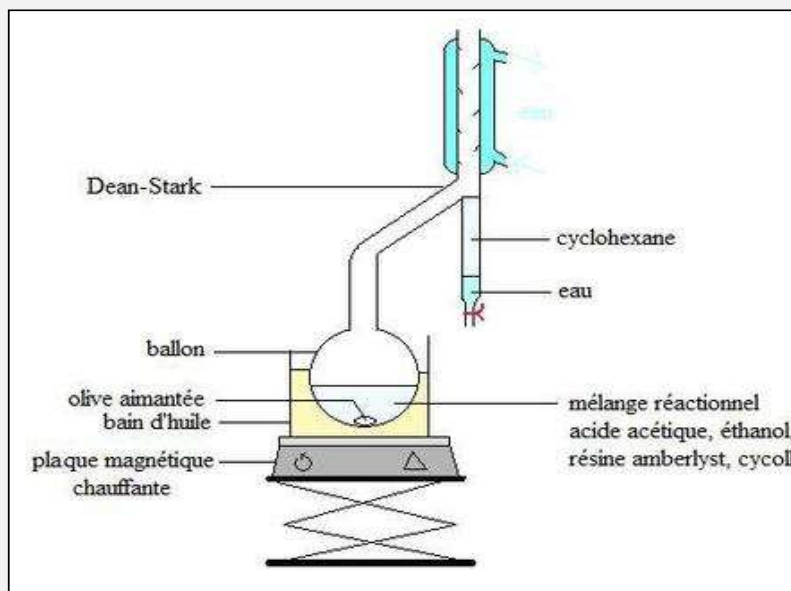
- Fiche de synthèse Séquence 13
- Fiche de synthèse Séquence 14

ACTIVITÉ 2 : Synthétiser un ester avec un bon rendement

En projet, trois élèves de Terminale STL cherchent à synthétiser un arôme à l'odeur de banane : l'acétate d'isoamyle. Leur professeur indique que le Dean Stark serait utile pour améliorer le rendement de cette synthèse.

DOCUMENT 1 : Utilisation d'un Dean Stark

Le montage hétéroazéotropique de Dean Stark est notamment utilisé pour extraire l'eau d'un milieu réactionnel. En chauffant le milieu, les vapeurs contenant le solvant (en général, toluène, xylène ou cyclohexane) et l'espèce à extraire montent jusqu'au condenseur et, une fois liquéfiées, tombent dans le cylindre gradué (décanteur). À l'intérieur de celui-ci, les liquides non-miscibles se séparent en deux phases sous l'effet de la gravité. Lorsque la phase supérieure (moins dense) atteint le niveau du bras, elle coule dans celui-ci et retourne dans le ballon réacteur, alors que la phase inférieure reste dans le cylindre. Lorsque cette phase inférieure atteint elle aussi le bras, elle pourrait elle aussi retourner dans le réacteur, il faut donc la vider (en ouvrant le robinet) autant de fois que nécessaire.



Hétéroazéotrope :

Mélange d'espèces chimiques présentant la particularité d'être miscibles à l'état gazeux mais non miscibles à l'état liquide. Ce mélange a une température d'ébullition inférieure à celle de chacune des espèces chimiques du mélange.

<http://bts.chimie.encpb.free.fr>

<http://capes-montages.skyrock.com/3017054811-C-Montage-4-Esters.html>

DOCUMENT 2 : Les 12 principes de la chimie verte

énoncés par les chimistes, P. Anastas et J. C. Warner

**DOCUMENT 3 : Synthèse de l'acétate d'isoamyle**

L'acétate d'isoamyle est un arôme à l'odeur de banane, fréquemment utilisé comme additif dans certains vins par exemple. Cet ester peut être obtenu en mélangeant l'acide acétique (acide éthanoïque) avec l'alcool isoamylique (3-méthylbutan-1-ol). La réaction peut se faire sans solvant mais pour utiliser le montage de Dean-Stark, il est indispensable d'ajouter un solvant comme le cyclohexane par exemple.

Protocole de synthèse :

Dans un ballon bicol de 250 mL, introduire successivement :

- 8,6 mL d'alcool isoamylique,
- 13,1 mL d'acide éthanoïque pur (dit « glacial »)
- 2 g d'APTS
- 3 quelques grains de pierre ponce
- 10 mL de cyclohexane

Remplir le Dean Stark de cyclohexane de sorte que le niveau affleure le tube coudé descendant.

Chauffer à reflux. On arrête la réaction quand le volume d'eau dans le récupérateur de Dean Stark se stabilise.

A la fin du reflux, enlever le chauffe-ballon et laisser refroidir le mélange réactionnel dans de l'eau à température ambiante puis froide.

Extraction et lavages :

Transvaser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter de 250 mL.

Ajouter une solution saturée froide de chlorure de sodium (20 mL) pour effectuer le lavage de la phase organique.

Evacuer la phase aqueuse dans un bécher et la garder.

Laver la phase organique restante avec 10 mL d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium à 10 %.

Evacuer à nouveau la phase aqueuse dans un bécher et la garder.






Renouveler ce dernier lavage.

Laisser décanter. Evacuer la phase aqueuse et la garder. Mesurer le pH des 3 solutions aqueuses obtenues.

Récupérer la phase organique dans un erlenmeyer sec.

Ajouter une spatule de sulfate de sodium anhydre et agiter en cercle.

DOCUMENT 4 : Données physico-chimiques et sécurité

Solvant	Dangers	Masse molaire (g.mol ⁻¹)	Densité	Teb (°C)	Solubilité dans l'eau à 20 °C	Solubilité dans le cyclohexane à 20°C
Eau	-	18,0	1,0	100	-	Insoluble
Cyclohexane		84,2	0,781	80 - 81	Insoluble	-
Acide éthanóïque <chem>CH3COOH</chem>		60,0	1,050	118	Miscible en toutes proportions	Très soluble
Alcool isoamylique <chem>CH3-CH(CH3)-CH2-CH2-OH</chem>		88,2	0,809	131	Faiblement soluble	Soluble
Acétate d'isoamyle <chem>CC(=O)OCC(C)C</chem>		130,2	0,875	142	Très peu soluble	Très soluble
Acide paratoluènesulfonique (APTS)		190,2	-	-	Très soluble	Très peu soluble

Indice de réfraction de l'acétate d'isoamyle à 20°C : n = 1,4003

Partie 1 : Réalisation de la synthèse

1. Mettre en œuvre le protocole opératoire du document 3 pour synthétiser l'acétate d'isoamyle.

Partie 2 : Questions sur la synthèse

2. Ecrire l'équation de la synthèse de l'acétate d'isoamyle.
3. Citer 3 caractéristiques d'une réaction d'estérification.
4. En utilisant la loi de Le Châtelier, expliquer pourquoi l'utilisation d'un montage Dean Stark permettra d'améliorer le rendement de synthèse
5. Pourquoi n'aurait-il pas été plus simple de distiller l'ester au fur et à mesure de sa formation ?
6. Calculer les quantités de matière de réactifs introduits d'après le protocole du document 3. Quel autre facteur permet d'améliorer le rendement de cette synthèse.
7. En suivant le protocole décrit au document 3, on mesure une température de reflux autour de 70°C. Proposer une interprétation de ce résultat expérimental.
8. Quelle espèce chimique est récupérée en ouvrant le robinet du décanteur.
9. Lister les avantages et les inconvénients de l'utilisation d'un montage Dean Stark en termes de chimie verte.
10. Quelles espèces contient la phase organique ? Justifier les positions des phases dans l'ampoule à décanter à l'aide de données du document 4.
11. Pourquoi utilise-t-on de l'eau salée pour le premier lavage ?
12. Quelle étape supplémentaire faudrait-il réaliser afin de récupérer l'ester pur ? Nommer et schématiser le montage à mettre en œuvre.
13. Proposer quatre techniques d'identification de l'ester synthétisé
14. Pourquoi ajoute-t-on du sulfate de sodium ?
15. Lorsque les élèves du groupe de projet ont réalisé la synthèse, ils ont obtenu $m = 9,8$ g d'ester purifié. Calculer le rendement et conclure sur l'efficacité du déplacement d'équilibre.
16. Comparer vos résultats expérimentaux avec ceux du groupe de projet. Proposer une interprétation.