

Estérification de Fischer

Tube décanteur de Dean-Stark + Séchage d'un liquide + Evaporateur rotatif + Distillation + Indice de réfraction

La blouse et les lunettes de protection seront portées pendant toute la durée de la séance.

1. Formation de l'acétate de l'isoamyle (ou acétate d'isopentyle)

1.1. Principe

L'équation de la réaction est la suivante :

Il s'agit d'une estérification de Fischer entre un acide carboxylique et un alcool primaire.

1.2. Manipulation

 Dans un ballon de 250 mL et muni d'un tube décanteur gradué (appareil de Dean et Stark) auquel a été fixé un réfrigérant, introduire successivement :

L'acide acétique glacial est corrosif et lacrymogène!

- 27 mL d'alcool isoamylique ou 3-méthylbutan-1-ol,
- 20 mL d'acide acétique glacial,
- 30 mL de cyclohexane,
- 0,5 g d'acide *para*toluènesulfonique.
- □ Remplir le tube décanteur de cyclohexane jusqu'à sa partie supérieure puis porter le mélange à reflux.

Pourquoi chauffe-t-on le milieu?

Quel est le rôle de l'acide paratoluènesulfonique ?

Quel est le rôle du cyclohexane?

Comment savoir que la réaction est terminée ?

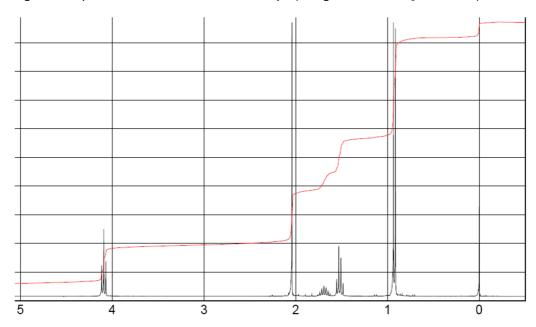
- □ Quand l'estérification est terminée, refroidir le ballon puis verser son contenu dans une ampoule à décanter.
- □ Laver la phase organique à l'eau jusqu'à neutralité, puis la sécher sur sulfate de magnésium anhydre.
- □ Eliminer le cyclohexane à l'évaporateur rotatif.
- Distiller à la pression atmosphérique en calorifugeant la colonne et recueillir l'ester dans un erlenmeyer propre, sec préalablement pesé et muni d'un bouchon.

1.3. Contrôle de la pureté

- ✓ Température d'ébullition à la pression atmosphérique de l'ester,
- ✓ Indice de réfraction à la température mesurée,

2. Compte-rendu

- Dresser un tableau des quantités de matière apportées des différents constituants.
- Expliquer la démarche utilisée dans cette synthèse.
- Evaluer le rendement de la synthèse et la pureté du produit synthétisé.
- Attribuer les signaux du spectre RMN ¹H de l'acétate d'isoamyle (enregistré dans CDCl₃ 300 MHz) :



3. Ressources en lígne

- Polycopié relatif aux techniques de TP.
- Vidéos concernant :
 - o Hydrodistillation
 - o Distillation fractionnée
 - o Extraction liquide-liquide et séchage d'un liquide

4. A la fin de la séance

- Evacuation des liquides organiques dans la poubelle adéquate.
- La paillasse doit être lavée et remise dans l'état dans lequel elle a été trouvée en arrivant.
- Se laver les mains.

	Compétences	Elève	Professeur : A (très bien) à D (non acquis) + Commentaires / Remarques
S'approprier	 Rechercher, extraire, organiser l'information en lien avec la situation Enoncer une problématique Définir les objectifs 		
Analyser	 Formuler une hypothèse Proposer une stratégie pour répondre à une problématique Proposer une modélisation Choisir, concevoir ou justifier un protocole/dispositif expérimental Evaluer l'ordre de grandeur d'un phénomène et ses variations 		
Réaliser	 Evoluer avec aisance dans l'environnement du laboratoire Suivre un protocole Respecter les règles de sécurité Utiliser le matériel ou l'outil informatique de manière adaptée Organiser son poste de travail Effectuer des mesures avec précision Reporter un point sur une courbe ou dans un tableau Effectuer un calcul simple 		
Valider	 Exploiter et interpréter des observations ou des mesures Utiliser les symboles et unités adéquats Vérifier un résultat obtenu Valider ou infirmer une information, hypothèse, propriété ou loi Analyser des résultats de façon critique Proposer des améliorations de la démarche ou du modèle Utiliser du vocabulaire de la métrologie 		
Communiquer	 Utiliser les notions et le vocabulaire scientifique adapté Présenter, formuler une proposition, une argumentation ou une conclusion de manière cohérente, complète et compréhensible 		
Être autonome, Faire preuve d'initiatives	 Travailler seul, prendre des initiatives Analyser ses difficultés et demander une aide pertinente Travailler vite 		