



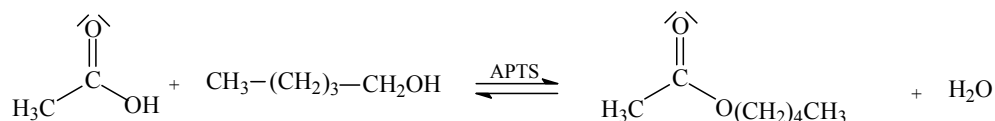
## Estérification

*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. Synthèse de l'acétate d'amyle

La transformation étudiée est associée à l'équation de réaction suivante :

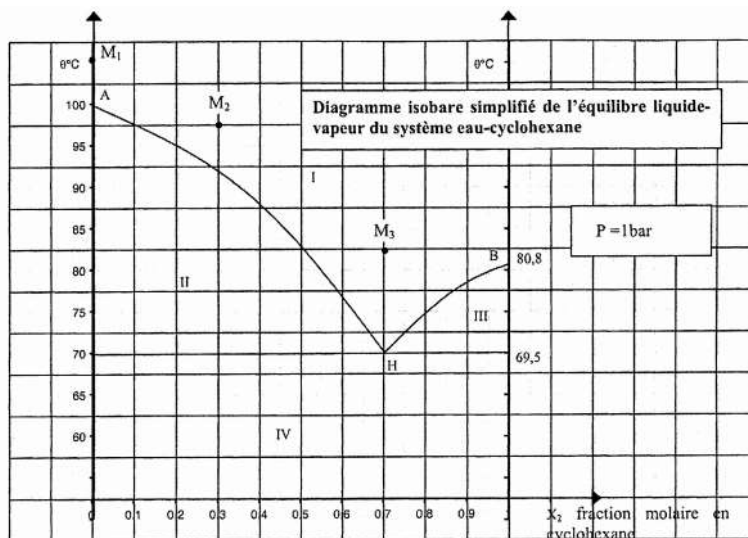


Cet ester a une odeur qui rappelle celle de la banane. Il a été utilisé pour tester l'étanchéité de masques anti-gaz dans l'armée suisse sous la dénomination "Gaz banane".

|                              |  |  |
|------------------------------|--|--|
| Acide éthanoïque glacial     |  | Liquide et vapeurs inflammables.<br>Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves.<br><b>Porter des gants de protection et des lunettes.</b><br><b>En cas de contact avec les yeux, ôter les lentilles de contact si possible et rincer abondamment à l'eau pendant plusieurs minutes. Contacter le centre anti-poison.</b>   |
| Pentan-1-ol                  |  | Liquide et vapeurs inflammables.<br>Provoque une irritation cutanée et une sévère irritation des yeux.<br>Nocif par inhalation, peut irriter les voies respiratoires.<br><b>Éviter de respirer les vapeurs.</b><br><b>En cas de contact avec les yeux, ôter les lentilles de contact si possible et rincer abondamment à l'eau pendant plusieurs minutes.</b>  |
| Acide paratoluène sulfonique |  | Peut être corrosif pour les métaux.<br>Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves.<br>Peut irriter les voies respiratoires.<br><b>Éviter de respirer les poussières.</b><br><b>Porter des gants et lunettes de protection</b><br><b>En cas de contact avec les yeux, ôter les lentilles de contact si possible et rincer abondamment à l'eau pendant plusieurs minutes. Contacter le centre anti-poison</b>  |
| Cyclohexane                  |  | Liquide et vapeurs très inflammables.<br>Peut être mortel en cas d'ingestion et de pénétration dans les voies respiratoires.<br>Provoque une irritation cutanée.<br>Peut provoquer somnolence ou vertiges.<br>Très toxique pour les organismes aquatiques.<br><b>Tenir à l'écart de la chaleur, des surfaces chaudes, des étincelles, des flammes nues et de toute autre source d'inflammation.</b><br><b>Éviter de respirer les vapeurs.</b><br><b>En cas d'ingestion, appeler immédiatement un centre antipoison. NE PAS faire vomir.</b><br><b>Éliminer dans une installation d'élimination des déchets agréée.</b> |

## 2. Attentes concernant le compte-rendu

- Présenter la démarche adoptée pour cette synthèse en vous aidant :
  - du Handbook pour les données tabulées,
  - et du diagramme de changement de phase du mélange binaire eau-cyclohexane reproduit ci-après.



- Indiquer vos observations (température, changement de couleur, aspect du milieu, etc...)
- Déterminer le rendement de votre synthèse.
- Conclure quant à la pureté du produit :
  - Température d'ébullition de l'ester purifié,
  - Indice de réfraction.

### Critères d'évaluation du TP :

|  | Acquis | Non-acquis |
|--|--------|------------|
| <b>S'approprier</b> (l'énoncé) : bonne lecture des consignes, utilisation des données  |        |            |
| <b>Analyser</b> : l'objectif de chacune des manipulations est explicité.   |        |            |
| <b>Réaliser</b> : le protocole des manipulations est suivi, les gestes techniques sont correctement réalisés, les résultats des mesures sont inclus dans le CR.  |        |            |
| <b>Exploiter</b> : l'exploitation des résultats est détaillée avec rigueur (les formules utilisées sont rappelées ; les courbes éventuelles sont jointes au compte-rendu, munie de leur titre, légende ... ; les calculs détaillés ; les résultats sont présentés si possible avec leur incertitude à 95%) |        |            |
| <b>Valider</b> : les résultats sont commentés et comparés à des grandeurs tabulées.  |        |            |
| <b>Communiquer</b> : expression claire à l'oral ; le CR est soigné, bien présenté et rédigé de façon à être compris par un lecteur avisé.  |        |            |

### 3. Manipulation

- Dans un ballon de 250 mL, muni d'un tube décanteur gradué (appareil de Dean et Stark) auquel a été fixé un réfrigérant, introduire successivement :
  - 27 mL d'alcool amylique (pentan-1-ol),
  - 20 mL d'acide acétique glacial (= pur),
  - 30 mL de cyclohexane,
  - 0,5 g d'acide *paratoluènesulfonique*.
- Remplir le tube décanteur de cyclohexane jusqu'à la limite du trop-plein, puis porter le mélange à reflux.

**A quoi sert le cyclohexane ?**

**Pourquoi chauffer ?**

**A quelle température va bouillir le milieu réactionnel ?**

**Quelle est la composition de la vapeur produite tant que la réaction se déroule ?**

**A quoi voit-on 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 (faire au moins 2 lavages).

**Quelle(s) espèce(s) cherche-t-on à éliminer lors de ce lavage ?**



**Investigation :**

Proposer au professeur un protocole pour isoler l'ester des autres composés présents et le purifier.

### 4. En fin de séance

- Evacuation des produits : Les liquides organiques seront évacués dans des bidons adéquats.
- La pailleuse doit être lavée et remise comme vous l'avez trouvée en arrivant.
- Lavez-vous les mains !