

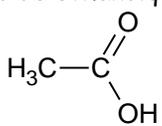
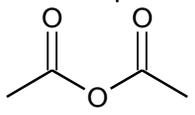
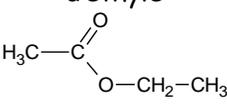
AE₂₁ Synthèse d'un ester : l'éthanoate d'éthyle

Depuis le milieu du XIX siècle, de nombreuses espèces chimiques organiques nécessaires à notre vie quotidienne sont synthétisées.

Quelles sont les stratégies d'une synthèse organique ?

⇒ **Présentation des molécules.**

L'acétate d'éthyle (ou éthanoate d'éthyle) est un ester odorant utilisé dans les dissolvants pour vernis à ongles.

Molécule	Masse molaire (g.mol ⁻¹)	densité	Température de fusion	Température d'ébullition	Solubilité dans l'eau froide	Pictogrammes de sécurité
éthanol H ₃ C—CH ₂ —OH	46	0,79	-117 °C	79°C	miscible	
Acide éthanoïque 	60	1,08	16,6°C	117,9°C	miscible	
Anhydride acétique 	102	1,08	-73 °C	139°C	Réagit vivement avec l'eau pour donner l'acide éthanoïque	  DANGER
Ethanoate d'éthyle 	88	0,92	-83,6°C	77,1°C	Peu soluble	 
acide sulfurique H ₂ SO ₄	98	1,83	3°C		Soluble dans l'eau (réaction exothermique)	

Quelques informations sur le coût des réactifs :

	Prix au litre
Ethanol	6,02 €
Acide éthanoïque	8,33 €
Anhydride éthanoïque	21,07 €

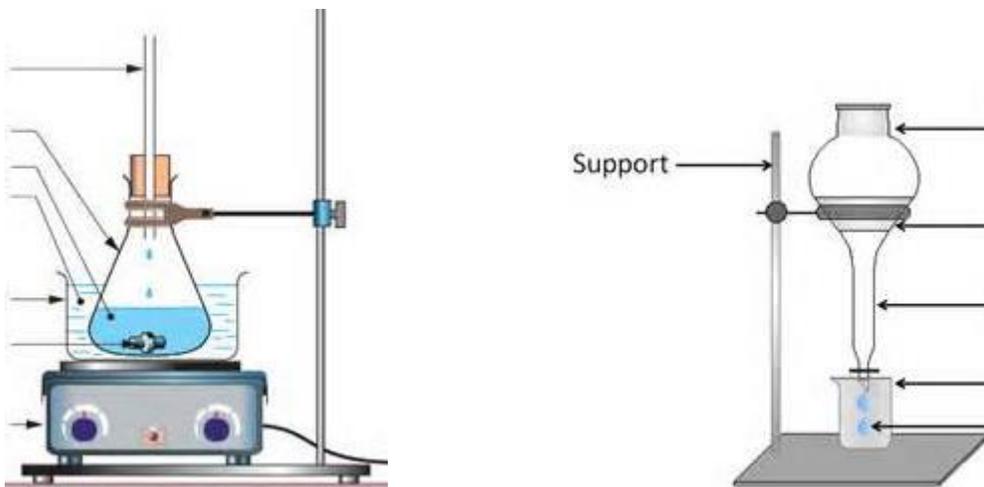
⇒ **Réalisation expérimentale**

On donne ci-dessous, deux protocoles de synthèse de l'éthanoate d'éthyle. **Les deux protocoles vont être mis en œuvre pendant la séance : la comparaison et l'analyse critique des deux protocoles permettront de définir une stratégie de synthèse organique.**

Quel que soit le protocole suivi, veuillez à bien respecter les consignes de sécurité.

PROTOCOLE 1 : Réaction de l'acide éthanoïque avec l'éthanol

- ◆ Préparer sur l'agitateur magnétique chauffant, un bain-marie (environ 80°C, maintenir le bain-marie à cette température).
- ◆ Introduire dans l'erlenmeyer bien sec un volume $V_{\text{éthanol}} = 10,0 \text{ mL}$ prélevé à la pipette jaugée.
- ◆ SOUS LA HOTTE, ajouter, à la pipette jaugée, $V = 10,0 \text{ mL}$ d'acide acétique et 5 gouttes d'acide sulfurique concentré.
- ◆ Mettre un turbulent dans l'erlenmeyer et adapter un réfrigérant à air
- ◆ Fixer l'erlenmeyer et chauffer au bain-marie pendant environ 25 minutes, en surveillant la température.
- ◆ Retirer le bain-marie, maintenir l'agitation.
- ◆ Ajouter 20 mL de solution saturée de chlorure de sodium dans l'erlenmeyer.
- ◆ Verser le contenu du mélange dans une ampoule à décanter et évacuer la phase aqueuse.
- ◆ Laver la phase organique en ajoutant progressivement et lentement 30 mL d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium. Eliminer la phase aqueuse.
- ◆ Récupérer la phase organique dans une éprouvette graduée et noter le volume recueilli. $V_{\text{ester}} = \dots\dots\dots$

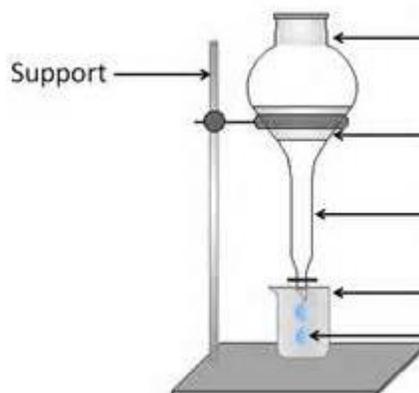
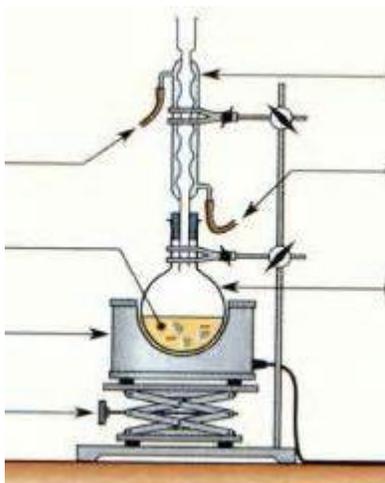


⇒ Analyse du protocole

1. Analyser le protocole proposé en précisant quelles étapes constituent respectivement la synthèse, la séparation et la purification de l'acétate d'éthyle.
2. Quelle est la dernière étape absente de ce protocole ? Proposer une technique pour réaliser cette étape.
3. Quel est le rôle de l'agitation dans une synthèse ?
4. Pourquoi adapte-t-on un réfrigérant à air sur l'erlenmeyer ?
5. Donner le rôle de chaque espèce chimique introduite dans le ballon au début de la synthèse ?
6. Quelles méthodes sont mises en œuvre pour augmenter la vitesse de réaction ?
7. Décrire les observations lors de l'ajout d'hydrogénocarbonate de sodium. En déduire l'espèce éliminée lors de cette étape.
8. Ecrire l'équation de la réaction de la synthèse sachant qu'elle est limitée.
9. Montrer que le mélange initial des réactifs est équimolaire.
10. Exprimer puis calculer l'avancement maximal théorique.
11. Calculer le rendement de la synthèse. Commenter.
Info. Le rendement d'une synthèse est donné par le rapport exprimé en % entre la quantité de matière de produit effectivement obtenu et la quantité de matière maximale qui pourrait se former.
12. Comparer le protocole 1 et le protocole 2 : décrire le protocole général d'une synthèse organique et répondre au problème posé au début du TP.

PROTOCOLE 2. Réaction de l'anhydride éthanóïque avec l'éthanol

- ◆ Introduire dans un ballon bien sec un volume $V_{\text{éthanol}} = 10,0 \text{ mL}$ prélevé à la pipette jaugée.
- ◆ **SOUS LA HOTTE**, ajouter, à la burette graduée, $V = 17,0 \text{ mL}$ d'anhydride éthanóïque et 5 gouttes d'acide sulfurique concentré.
- ◆ Mettre quelques grains de pierre ponce dans le ballon et adapter un réfrigérant à boules.
- ◆ Fixer le ballon, mettre la circulation d'eau froide et chauffer à reflux pendant environ 15 minutes, en surveillant le chauffage. **ATTENTION EBULLITION DOUCE**
- ◆ Retirer le chauffe-ballon, maintenir la circulation d'eau froide.
- ◆ Verser **lentement** par le haut du réfrigérant 20 mL de solution saturée de chlorure de sodium.
- ◆ Verser le contenu du mélange dans une ampoule à décanter et évacuer la phase aqueuse.
- ◆ Laver la phase organique, en ajoutant **progressivement et lentement**, 30 mL d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium. Eliminer la phase aqueuse.
- ◆ Récupérer la phase organique dans une éprouvette graduée et noter le volume recueilli. $V_{\text{ester}} = \dots\dots\dots$

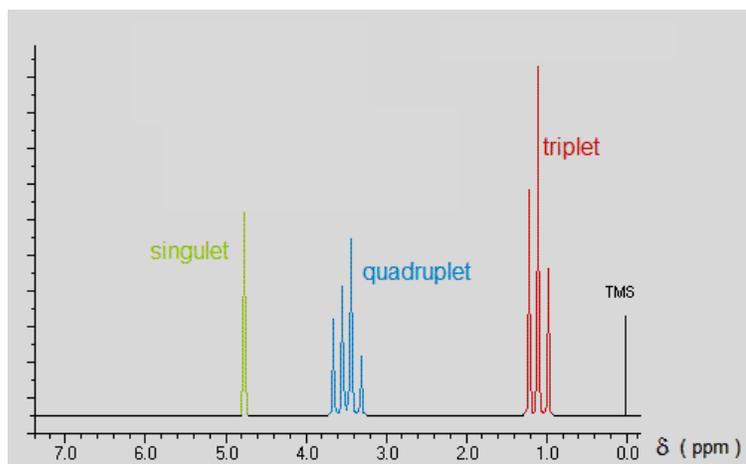
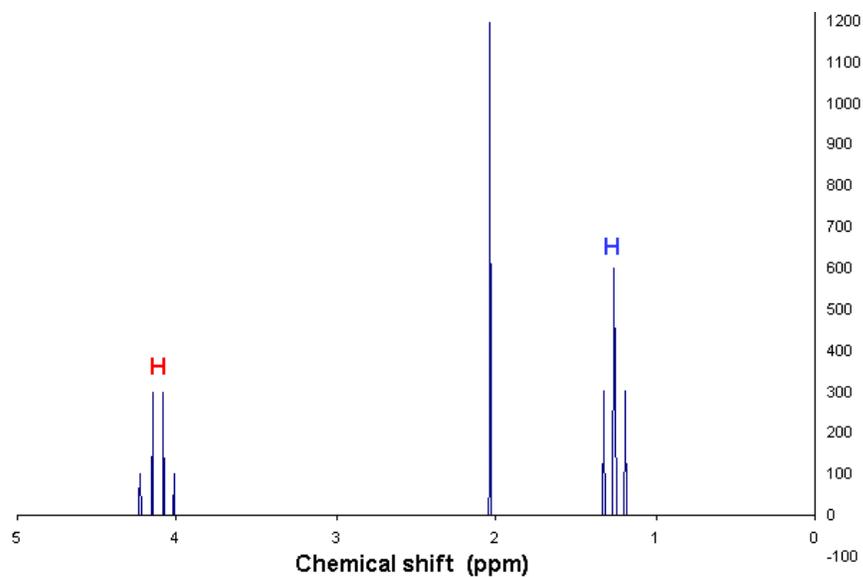
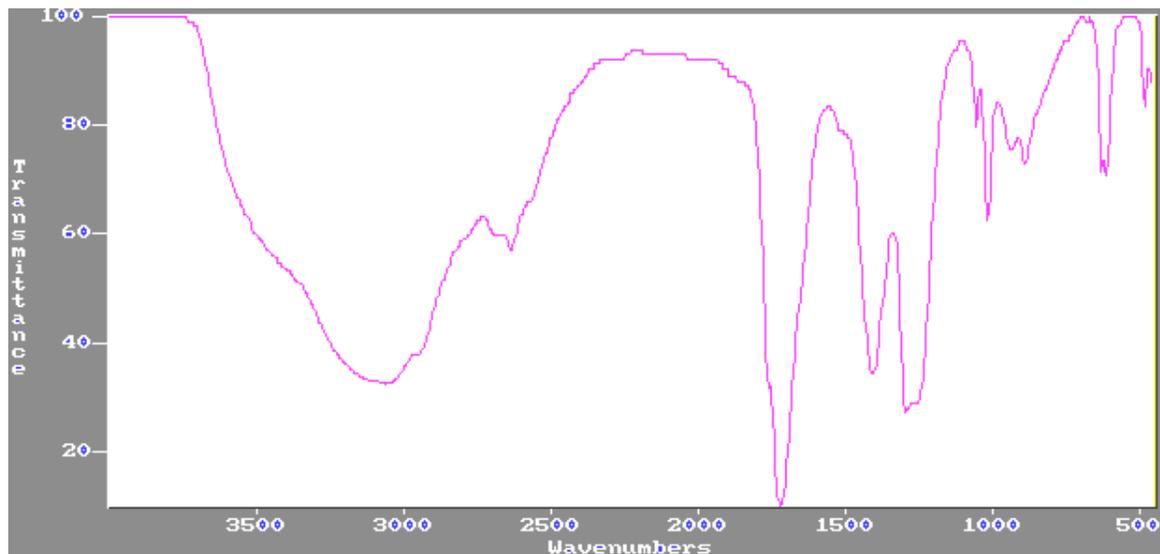


⇒ Analyse du protocole

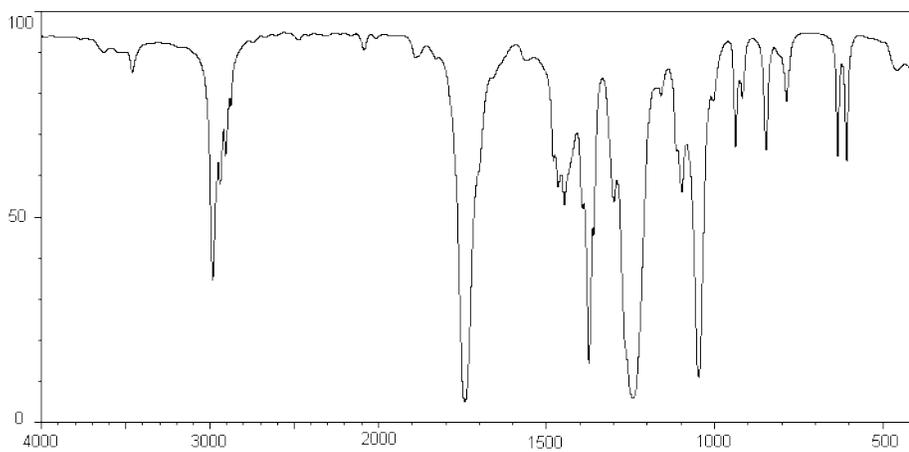
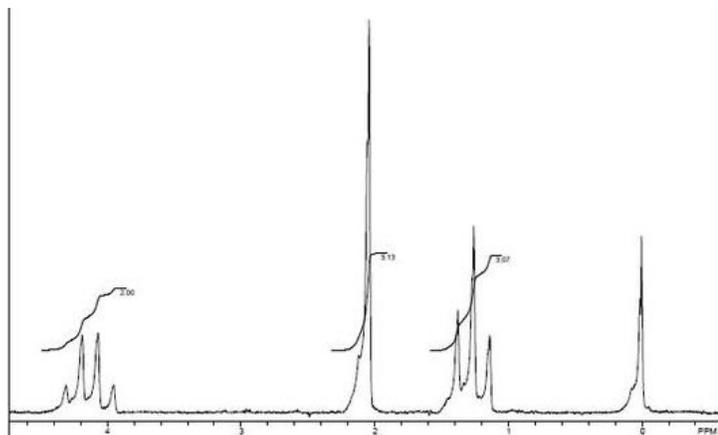
1. Analyser le protocole proposé en précisant quelles étapes constituent respectivement la synthèse, la séparation et la purification de l'acétate d'éthyle.
2. Quelle est la dernière étape absente de ce protocole ? Proposer une technique pour réaliser cette étape.
3. Quel est le rôle de la pierre ponce ?
4. Quel est le rôle du réfrigérant à boules ?
5. Donner le rôle de chaque espèce chimique introduite dans le ballon au début de la synthèse ?
6. Quelles méthodes sont mises en œuvre pour augmenter la vitesse de réaction ?
7. Décrire les observations lors de l'ajout d'hydrogénocarbonate de sodium. En déduire l'espèce éliminée lors de cette étape.
8. Ecrire l'équation de la réaction de la synthèse sachant qu'elle est totale.
9. Montrer que le mélange initial des réactifs est équimolaire.
10. Exprimer puis calculer l'avancement maximal théorique.
11. Calculer le rendement de la synthèse. Commenter.
Info. Le rendement d'une synthèse est donné par le rapport exprimé en % entre la quantité de matière de produit effectivement obtenu et la quantité de matière maximale qui pourrait se former.
12. Comparer le protocole 1 et le protocole 2 : décrire le protocole général d'une synthèse organique et répondre au problème posé au début du TP.

Activités sur la synthèse d'un ester : l'éthanoate d'éthyle

Après la synthèse effectuée à l'aide du protocole 1, on recueille le mélange final et on obtient les spectres RMN et IR suivants :



Identifier les trois molécules.



Mon Dec 07 09:42:30 1998: (untitled)
W1: 1H Axis = ppm Scale = 28.88 Hz/cm

