

Transformation chimique

Synthèse de l'éthanoate de benzyle

La verrerie utilisée sera rincée à l'eau distillée avant chaque manipulation.
On devra détailler et justifier tous les calculs.

1- Objectifs

Les objectifs de ce travail sont de montrer que l'estérification est une transformation chimique lente et limitée et de préparer un ester odorant (l'éthanoate de benzyle, un des constituants de l'essence de Jasmin)

2- Données

Nom	Formule	Température d'ébullition (°C)	Densité	Masse molaire (g.mol ⁻¹)	Solubilité dans l'eau
Acide éthanoïque	CH ₃ COOH	118	1,05	60	Bonne
Alcool benzylique	C ₆ H ₅ -CH ₂ -OH	205	1,04	108	Faible
Ethanoate de benzyle	CH ₃ COO-CH ₂ C ₆ H ₅	215	1,06	150	Non soluble
Eau salée saturée			1,20		

3- Protocole expérimental

3.1- Chauffage à reflux à air

On utilise le montage schématisé ci-contre.

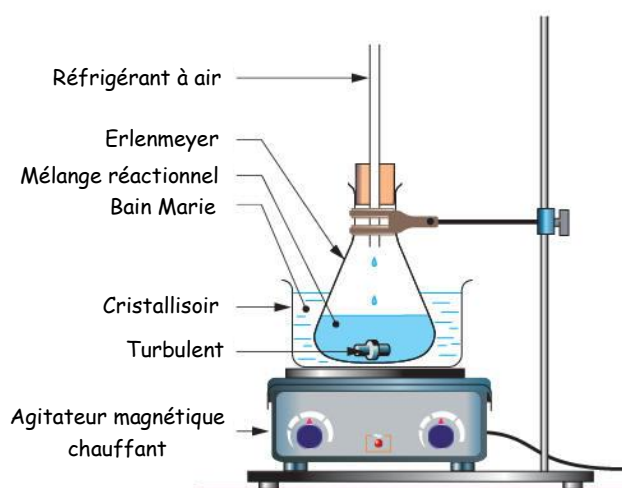
Sous la hotte aspirante, verser dans un erlenmeyer un volume $V_{\text{alcool}}=12\text{mL}$ d'alcool benzylique et un volume $V_{\text{acide}}=15\text{mL}$ d'acide éthanoïque.

Ajouter environ 10 gouttes d'acide sulfurique.

Placer le turbulent au fond de l'erlenmeyer.

Installer le tube réfrigérant à air au-dessus du ballon.

Installer l'erlenmeyer sur le statif à l'aide de la pince. Ajuster l'erlenmeyer dans le cristallisoir sans qu'il touche le fond.



Ajouter de l'eau préalablement chauffée.
Mettre en route l'agitateur magnétique.

Allumer le chauffage et maintenir la température à environ 80°C pendant 30 minutes environ.

Au bout de ce temps, arrêter le chauffage.

Relever l'erlenmeyer pour qu'il refroidisse plus vite.

Attendre 3 minutes environ, puis enlever l'erlenmeyer et le placer sous un courant d'eau froide pour refroidir le mélange.

3.2- Décantation

Récupérer le turbulent.

Transvaser le contenu de l'erlenmeyer dans une ampoule à décanter placée sur son support.

Verser 30mL d'eau salée saturée dans l'ampoule à décanter.

Après agitation, laisser décanter et récupérer la phase aqueuse dans un pot à yaourt.

Jeter la phase aqueuse.

3.3- Lavage de la phase organique

Ajouter environ 30mL d'hydrogénocarbonate de sodium (Na_2HCO_3) dans l'ampoule à décanter, et recommencer l'opération de décantation précédente.

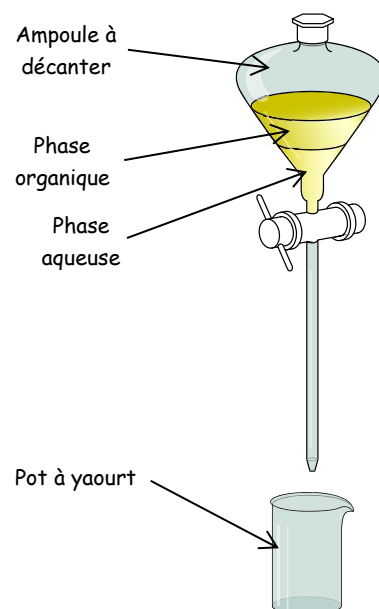
Faire attention en agitant car un dégagement gazeux de dioxyde de carbone se produit.

Après agitation laisser décanter.

Evacuer toute la phase aqueuse inférieure dans le pot à yaourt.

3.4- Séchage de la phase organique

Récupérer la phase organique dans un bécher de 50mL.



Pour sécher la phase organique, verser 2 ou 3 spatules de sulfate de magnésium ($MgSO_4$) anhydre dans le bécher.

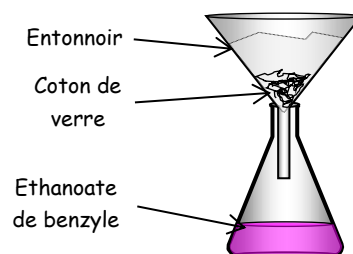
Agiter doucement afin de déshydrater la phase organique.

3.5- Filtration

On réalise une filtration sur coton de verre.

Peser la masse à vide m_0 de l'erenmeyer.

Mettre un entonnoir sur l'erenmeyer et placer au fond un filtre en coton de verre.



A l'aide de l'agitateur en verre verser doucement le contenu du bécher dans l'entonnoir pour récupérer l'éthanoate de benzyle dans l'erenmeyer.

Peser la masse m de l'erenmeyer contenant l'éthanoate de butyle.

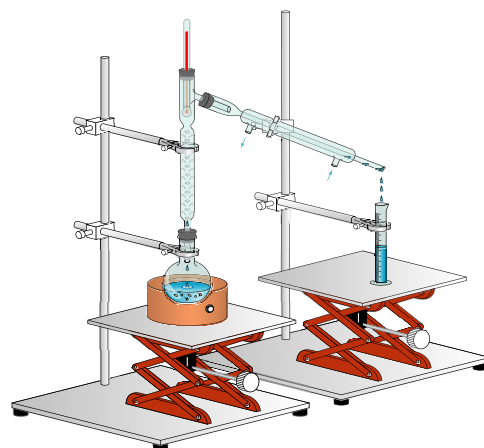
Verser ensuite l'éthanoate de benzyle dans un flacon et le fermer avec un bouchon.

3.6- Purification

Pour réaliser la purification de l'éthanoate de butyle obtenu, il faut retirer les restes d'acide et d'alcool qui peuvent être mêlés à l'ester.

pour cela, on effectue alors une distillation fractionnée selon le dispositif ci-contre.

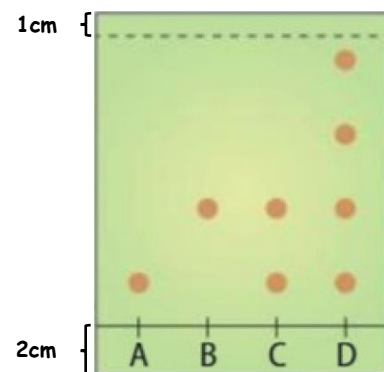
Cette expérience sera expliquée et réalisée ultérieurement en cours.



3.7- Analyse par CCM de l'éthanoate de butyle

On dépose sur une plaque à CCM une goutte de chaque espèce chimique à analyser:

- Alcool benzylique pur (A)
- Éthanoate de benzyle pur (B)
- Éthanoate de benzyle synthétisé (C)
- Huile essentielle naturelle de Jasmin (ED)



Plonger ensuite délicatement la plaque dans une cuve contenant l'éluant, sans noyer les dépôts.

L'éluant va monter le long de la plaque par capillarité et entraîner plus ou moins les différentes espèces chimiques déposées suivant leur nature.

Quand la phase mobile arrive à 1 cm du bord supérieur, récupérer la plaque à CCM et la sécher.

Placer la plaque à CCM sous une lampe UV pour visualiser la chromatographie.

4- Questions

4.1- Expérience

- Justifier l'utilisation d'un montage de chauffage à reflux.
- Pourquoi faut-il placer ensuite le ballon sous un courant d'eau froide?
- Justifier le rôle de la solution de chlorure de sodium saturée.
- Préciser les propriétés des ions carbonate CO_3^{2-} .
- En déduire le rôle de la solution d'hydrogencarbonate de sodium.

4.2- Equation de la réaction et calculs

- Ecrire l'équation bilan de la réaction qui se produit.
- Calculer les quantités de matière initiales d'acide $n_{0, \text{acide}}$ et d'alcool $n_{0, \text{alcool}}$.
- Dans le cas où l'on suppose la réaction totale, déterminer les quantités de matière théoriques d'acide $n_{\text{théo, acide}}$ et d'alcool $n_{\text{théo, alcool}}$.
- En déduire la masse totale théorique d'éthanoate de butyle $n_{\text{théo, éthanoate}}$ obtenu dans le cas d'une réaction totale.
- Quelle est la masse d'éthanoate de butyle obtenue expérimentalement?

4.3- Pureté du produit de synthèse

- L'éthanoate de butyle obtenu est-il pur?
- Que peut-on dire de l'huile essentiel de Jasmin?

4.4- Conclusion

- Faire une conclusion de ce travail.

Ne pas oublier de nettoyer le matériel et de ranger la pailasse.