

Charlotte  
Sore  
TG2

# T.P. DE CHIMIE

→ Préparation d'un ester et déplacement d'équilibre.

Objectif : préparer l'ester éthanolate de 3-méthylbutyle utilisé comme arôme alimentaire ou en parfumerie.

Le chauffage à reflux - fonctionnement.

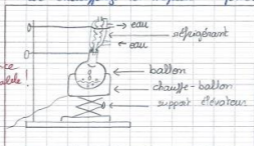


schéma d'un montage à reflux

Le chauffage à reflux est un dispositif expérimental qui consiste à chauffer un mélange réactionnel à ébullition, en évitant les pertes de matière par évaporation.

bonne ponce indispensable!

- On fait circuler l'eau dans le réfrigérant.
- On chauffe le ballon et donc le mélange réactionnel
- la vapeur passe dans le réfrigérant et se condense
- la condensation retombe dans le ballon

Informations \* On augmente la température afin d'accélérer la réactions. (température constante d'ébullition)  
\* Le système de flux et de reflux permet de récupérer la vapeur.

Sécurité : Le ballon est surélevé afin de pouvoir redescendre le support élévateur pour qu'il n'y ait plus de contact et donc récupérer le mélange si les vapeurs montent trop haut.

On manipule avec des lunettes (et blouse évidemment)

bouchon. (+ garder le pouce sur le bouchon pour éviter qu'il ne saute avec la pression).

Remarques de la manipulation:

- On ajoute 1 ml d'acide sulfurique concentré car c'est un catalyseur de l'estérification, accentue la vitesse de la réaction (n'apparaît pas dans l'équation de réaction). En effet, la réaction est lente, c'est pourquoi on chauffe + ajoute un catalyseur.
- La pierre ponce favorise l'apparition des bulles et régule l'ébullition.
- on ajoute du carbonate de Sodium à 20% en banque, il réagit avec l'acide et permet d'éliminer ce dernier. Il libère du  $\text{CO}_2$  (c'est pourquoi on dégaze). Il est facilement évacuable car il rejoint la phase aqueuse avec laquelle il va partir.

### III - Interprétation

1/ Formules topologiques de l'éthanoate de 3-méthylbutyle:



De l'acide éthanoïque:

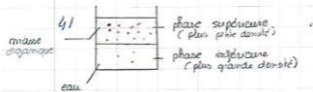


Du 3-méthylbutan-1-ol:

2/ On chauffe car la réaction est lente, la température étant un facteur cinétique, la réaction est accélérée.

3/ Le rôle du réfrigérant est de refroidir les vapeurs afin qu'elles se condensent et qu'elles retombent dans le

ballon pour me pas perdre de matière

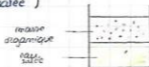


évapczal-et-n

ester ≠ Esther

L'ester a une solubilité faible dans l'eau, mais est pratiquement insoluble dans l'eau salée. (solvant encore plus polar). La solubilité de l'ester diminue dans l'eau salée, "et retourne" en phase organique et on perd encore moins d'ester durant l'élimination de la phase aqueuse.

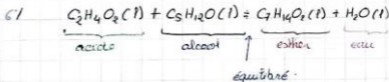
On appelle ça le retourage. (De plus, les impuretés de la phase aqueuse se mélangent à l'eau salée)



5/ anhydride signifie déshydraté / "sans eau"

Tant que des cristaux se forment, le sulfate de magnésium anhydride absorbe l'eau. Dès qu'il ne se forme plus de cristaux, il n'y a plus d'eau.

On a donc séché la masse organique afin d'obtenir un ester plus pur.



Charlotta  
Sow  
TG-2

Le réactif en excès est le réactif que l'on a introduit en plus grande quantité car il réagit autant de moles d'acide que de moles d'alcool d'après la stoechiométrie de l'équation.

Acide éthanique...  $V = 30 \text{ mL}$  et  $\rho = 1,05 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$

$$m = \rho \times V \\ = 1,05 \times 30 = 31,5 \text{ g}$$

$$n = \frac{m}{M} = \frac{31,5}{60} = 5,25 \times 10^{-1} \text{ mol}$$

3-méthylbutane-1-ol (alcool)  $V = 10 \text{ mL}$  et  $\rho = 0,81 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$

$$m = \rho \times V \\ = 0,81 \times 10 = 8,1 \text{ g}$$

$$n = \frac{m}{M} = \frac{8,1}{88} = 9,2 \times 10^{-2} \text{ mol}$$

$5,25 \times 10^{-1} > 9,2 \times 10^{-2}$ , l'alcool est donc le réactif limitant, l'acide est donc en excès.

71 Constante d'équilibre  $K$  associée à la réaction de synthèse :

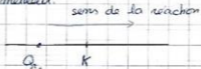
⚠ La réaction n'est pas effectuée en solution aqueuse, l'eau, n'est pas le solvant mais est un produit comme un autre, elle doit donc être prise en compte dans la constante d'équilibre même si elle est liquide.

$$K = A_{eq} = \frac{[C_7H_{14}O_2]_{eq} [H_2O]_{eq}^4}{[C_2H_4O_2]_{eq} [C_5H_{12}O]_{eq}} = 4$$

Si un des réactifs est en excès, le dénominateur sera plus grand pour le quotient de réaction: on diminue ce dernier.

Alors  $Q_{rx}$  se retrouve inférieur à  $K$ , il faudra donc que la réaction évolue davantage et plus longtemps (plus  $Q_{rx}$  est petit) dans le sens direct pour atteindre  $K$ .

Il se forme alors plus d'estér: le rendement est meilleur.



→  
sens de la réaction      formation d'estér et d'eau.

8) Le rendement de la préparation de l'estér est égal à la masse d'estér obtenue divisée par la masse théorique maximale que l'on pourrait avoir si la réaction était totale

Calcul de la masse théorique maximale, si la réaction était totale, et d'après la stoechiométrie de l'équation, on devrait avoir:

$$m_{\text{estér max}} = m_{\text{alcool}} = 0,092 \text{ mol.}$$

$$m_{\text{estér max}} = n \times M_{\text{estér}} = 0,092 \times M = 0,092 \times 130 = 11,96 \text{ g}$$

Pendant l'expérimentation, on pèse un vide, puis on le remplit avec l'ester obtenu et on recommence la pesée, afin d'obtenir la masse d'ester obtenu expérimentalement.

$$m_{\text{tube vide}} = 42,50 \text{ g}$$

$$m_{\text{tube + ester}} = 51,20 \text{ g}$$

$$\text{Donc } m_{\text{ester}} = m_{\text{tube + ester}} - m_{\text{tube vide}} = 51,20 - 42,50 = 8,7 \text{ g}$$

On a obtenu une masse d'ester de 8,7 g.

$$\eta = \frac{m_{\text{ester formé}}}{m_{\text{ester max si totale}}}$$

$$\eta = \frac{8,7}{11,96} = 0,73 = 73 \%$$

Le rendement de la préparation de l'ester est de 73 %.

Remarque: On a obtenu 8,7 g d'ester.

$$\rho = \frac{m}{V} = \frac{8,7}{10} \text{ est donc la masse volumique}$$

de l'ester (Éthanoate de 3-méthylbutyle) obtenu est parfaitement conforme à la masse volumique que l'on nous donne dans le tableau. Masse volumique théorique = masse volumique trouvée expérimentalement. À noter que cet ester est moins dense que l'eau.

Remarque si  $\rho > 1$  cela veut dire qu'on a mal séché la masse organique (il y a de l'eau) (erreur de manipulation). Il faut donc que le produit soit au maximum séché.

Charlotte  
Seu  
TG-2

Le réactif en excès est le réactif que l'on a introduit en plus grande quantité car il nécessite autant de moles d'acide que de moles d'alcool d'après la stoechiométrie de l'équation.

Acide éthanique :  $V = 30 \text{ mL}$  et  $\rho = 1,05 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ .

$$m = \rho \times V$$

$$= 1,05 \times 30 = 31,5 \text{ g}$$

$$n = \frac{m}{M} = \frac{31,5}{60} = 5,25 \times 10^{-2} \text{ mol}$$

3-méthylbutane-1-ol (alcool)  $V = 10 \text{ mL}$  et  $\rho = 0,81 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$

$$m = \rho \times V$$

$$= 0,81 \times 10 = 8,1 \text{ g}$$

$$n = \frac{m}{M} = \frac{8,1}{88} = 9,2 \times 10^{-2} \text{ mol}$$

$5,25 \times 10^{-2} > 9,2 \times 10^{-2}$ , l'alcool est donc le réactif limitant, l'acide est donc en excès.

71. Constante d'équilibre  $K$  associée à la réaction de synthèse :

⚠ La réaction n'est pas effectuée en solution aqueuse, l'eau, n'est pas le solvant mais est un produit comme un autre, elle doit donc être prise en compte dans la constante d'équilibre même si elle est liquide.

$$K_{71} = \frac{[C_7H_{14}O_2]_{\text{éq}} [H_2O]_{\text{éq}}}{[C_2H_6O]_{\text{éq}} [C_5H_{12}O]_{\text{éq}}} = 4$$

# II

Charlotta

au dessus de l'ensemblage

Seu

- On a alors une séparation des deux phases : ester, est la phase supérieure substantiellement dans le ballon (100) et le niveau du bras et tandis que l'eau, phase inférieure, est récupérée dans l'ensemblage.

T62

- On récupère l'ester dans un autre ensemble à la fin.

⇒ il permet d'extraire l'eau d'un milieu réactionnel.