TP: SYNTHÈSE D'UN ESTER

Réaction d'estérification

Historiquement, ce sont les chimistes Marcellin Berthelot et Léon Péan de Saint-Gilles qui se sont intéressés aux réactions d'estérification. Ils sont à l'origine des notions d'équilibre chimique et de réaction limitée. Ils se sont intéressés au mélange d'acide éthanoïque et d'éthanol permettant de former l'éthanoate d'éthyle.

Les esters sont formés par l'union des acides et des alcools ; ils peuvent reproduire en se décomposant les acides et les alcools. [...] En général, les expériences consistent soit à faire agir sur un alcool pur un acide pur, les proportions de l'alcool et de l'acide étant déterminées par des pesées précises, soit à faire agir sur un ester de l'eau. Dans tous les cas de ce genre, le produit final se compose de quatre corps, à savoir : l'ester, l'alcool libre, l'acide libre, l'eau. Mais ces quatre corps sont dans des proportions telles qu'il suffit de déterminer exactement la masse d'un seul d'entre eux, à un moment quelconque des expériences, pour en déduire toutes les autres, pourvu que l'on connaisse les masses des matières primitivement mélangées.

> D'après M. Berthelot et L. Péan de Saint-Gilles, Recherche sur les affinités de la formation et de la décomposition des éthers, 1862.

Doc.3 Conditions initiales

État initial du mélange 1: mélange équimolaire:

- $n_1 = 0,20 \text{ mol d'acide éthanoï que } C_2 H_4 O_2$;
- $n_a = 0.20 \text{ mol d'éthanol C}_a \text{H}_a \text{O}$;
- 1,0 mL d'acide sulfurique;
- bain-marie à 50 ℃.

État initial du mélange 2 : éthanol en excès :

- V₁ = 10 mL d'acide éthanoïque C₂H₂O₃;
- V₂ = 30 mL d'éthanol C₂H₆O;
- 1,0 mL d'acide sulfurique ;
- bain-marie à 50 °C.

- Masses molaires atomiques: $M(C) = 12.0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$, $M(H) = 1.0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ et $M(0) = 16.0 \text{ g-mol}^{-1}$
- Masses volumiques : $\rho(\text{alcool}) = 0.789 \text{ g·mL}^{-1}$, $\rho(\text{acide}) = 1,04 \text{ g·mL}^{-1} \text{ et } \rho(\text{ester}) = 0,902 \text{ g·mL}^{-1}$

Matériel nécessaire

- · Pipettes jaugée et graduée
- · Grands béchers
- · Erlenmeyer et réfrigérant à air
- Bain thermostaté à 50 °C et thermomètre
- Burette graduée
- Acide acétique glacial (acide éthanoïque pur)



Éthanol absolu

Solution d'hydroxyde de sodium de concentration

c = 5,00 mol·L-1

Bleu de bromothymol (BBT)

Solution d'acide sulfurique concentrée



Doc. 4 Protocole opératoire

Réaction d'estérification :

- verser le volume V, d'acide éthanoïque pur, puis le volume d'acide sulfurique, tous deux à l'aide d'une pipette jaugée adaptée ;
- ajouter le volume V. d'éthanol à l'aide d'une éprouvette, puis fixer sur l'erlenmever un tube réfrigérant et placer l'ensemble au bain-marie à 50 °C pendant 45 minutes;



- récupérer le mélange final et y ajouter quelques gouttes de bleu de bromothymol. Titrer cette solution avec la solution aqueuse d'hydroxyde de
- repérer la valeur du volume à l'équivalence $V_{\scriptscriptstyle \rm E}$.

Titrage de l'acide sulfurique concentré:

- verser 1,0 mL d'acide sulfurique dans un bécher et rajouter environ 50 mL d'eau distillée :
- y ajouter quelques gouttes de BBT ;
- titrer cette solution avec la solution aqueuse d'hydroxyde de sodium, puis repérer la valeur du volume à l'équivalence $V_{\rm F}$.

Le document 3 ci-dessus montre deux conditions initiales pour cette même réaction. La réaction dans les conditions du mélange 1 donne un rendement de 65%. Vous allez réaliser la réaction dans les conditions du mélange 2.

Préparez et lancez la réaction dans les conditions initiales du mélange 2.

- 1) Écrire les formules topologiques de l'acide, de l'alcool et de l'ester formé.
- 2) Écrire l'équation chimique de la synthèse de l'ester.
- 3) Calculez les quantités initiales des deux réactifs et comparez-les à celle du mélange 1.
- 4) Quel est le rôle de l'acide sulfurique ?

Réalisez le titrage de l'acide sulfurique concentré et conservez la valeur du volume à l'équivalence noté V_{F2} obtenu.

Attention les solutions d'acide et de base sont très concentrées. Manipulez avec blouses, lunettes et gants

- 5) Ecrire l'équation chimique de la réaction support de titrage.
- 6) Lors du titrage du mélange final, quels seront les espèces titrées ? Précisez la seconde équation chimique de support.

Réalisez au bout des 45 minutes le second titrage et conservez la valeur du volume à l'équivalence noté V_{E1} obtenu.

- 7) Calculez le rendement de la réaction dans les conditions initiales du mélange 2.
- 8) Conclure sur l'influence des conditions initiales sur un rendement.