

- Objectifs :**
- Comprendre le principe et l'intérêt d'un chauffage à reflux
 - Appréhender la spécificité de l'état d'équilibre des réactions d'estérification et d'hydrolyse
 - Calculer le rendement d'une réaction

I. Principe du TP

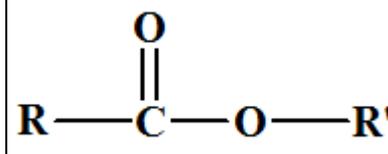
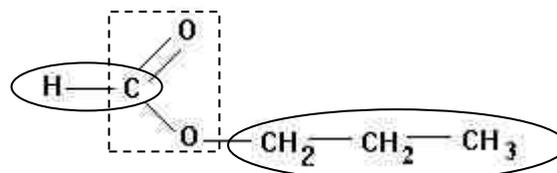
1. Présentation des esters

Les esters répondent à la formule générale R-COO-R' avec R et R' qui sont des chaînes carbonées.

La nomenclature des esters est simple :

- on utilise les préfixes habituels (méth-, éth-, prop-, but-,...)
- pour la chaîne carbonée R-C on ajoute un suffixe **-oate de**
- pour la chaîne -R' on ajoute un suffixe **-yle**

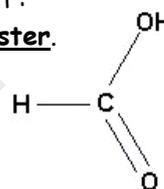
ex : méthanoate de propyle



2. Estérification et hydrolyse

On peut obtenir un ester grâce à la réaction entre un acide carboxylique RCOOH et un alcool R'OH : cette réaction s'appelle **l'estérification**. La réaction inverse s'appelle réaction d'**hydrolyse d'un ester**.

ex : pour préparer le méthanoate de propyle, il faut faire réagir de l'acide méthanoïque et du propanol.



3. But du TP

La classe est répartie en deux groupes qui réalisent chacun dans un premier temps un montage à reflux :

- dans le premier, on effectue une estérification : synthèse de l'éthanoate d'éthyle (mélange n°1)
- dans l'autre, on effectue l'hydrolyse de cet ester : l'éthanoate d'éthyle (mélange n°2)

Remarque : Ces deux réactions se font en milieu acide.

Dans un deuxième temps, on réalise un dosage du contenu de chacun des ballons après 45 minutes de chauffage afin de déterminer complètement l'état final des 2 transformations. Ceci nous permettra ainsi de calculer le rendement de chacune d'elles.

C'est quand même mieux avec le chauffage à reflux !



II. Montages expérimentaux pour l'estérification et l'hydrolyse

- préparer dans un ballon de volume V = 250 mL (choisir selon le groupe) :

mélange réactionnel n°1 : pour l'estérification

- 0,25 mol d'acide éthanoïque pur, soit 14,3 mL
- 0,25 mol d'éthanol pur, soit 14,5 mL

mélange réactionnel n°2 : pour l'hydrolyse

- 0,25 mol d'éthanoate d'éthyle pur, soit 24,5 mL
- 0,25 mol d'eau distillée, soit 4,5 mL

- ajouter 1,0 mL d'acide sulfurique concentré H₂SO₄ (concentration molaire en soluté apporté 18,0 mol.L⁻¹)
- ajouter quelques grains de pierre ponce
- insérer le ballon dans un montage de chauffage à reflux
- laisser chauffer 45 minutes (ébullition modérée) en maintenant le refroidissement à eau

pendant le chauffage, ne pas perdre de temps et préparer tout ce qui peut l'être !

- abaisser le chauffe-ballon et laisser refroidir quelques minutes à l'air libre le ballon
- refroidir le ballon en le passant sous l'eau froide du robinet (utiliser un chiffon pour éviter de se brûler !)
- verser le contenu du ballon dans une fiole jaugée de 100,0 mL
- rincer le ballon avec de l'eau distillée froide (sortie du frigo) et verser l'eau de rinçage dans la fiole
- compléter avec de l'eau distillée froide jusqu'au trait de jauge et agiter
- verser une partie du contenu de la fiole dans un becher pour effectuer le prélèvement nécessaire au dosage

sous la hotte !

III. Dosages

Chacun des mélanges de fin de réaction contient de l'acide éthanoïque (restant ou produit) mais également de l'acide sulfurique (restant).

On réalisera ainsi un dosage acido-basique colorimétrique en utilisant :

- la soude de concentration $C_B = 1,0 \text{ mol.L}^{-1}$ comme réactif titrant
- la phénolphtaléine comme indicateur coloré

**Gants et
lunettes obligatoires !**

- mélange de fin de réaction n°1 : réaliser le dosage de 10,0 mL de la solution issue de l'estérification
- mélange de fin de réaction n°2 : réaliser le dosage de 10,0 mL de la solution issue de l'hydrolyse de l'ester.

Attention ! Prendre soin de bien prélever la phase aqueuse qui contient les acides !

Noter sur votre compte-rendu le volume versé à l'équivalence pour chaque mélange de fin de réaction.

IV. Questions et exploitation des résultats

Montage à reflux et réactions d'estérification/hydrolyse

1. Ecrire l'équation de la réaction (dans le sens direct de l'estérification) en utilisant l'écriture topologique.
2. Faire un schéma annoté du montage de chauffage à reflux. Préciser le sens de circulation de l'eau.
3. Expliquez le principe et l'intérêt de ce montage.
4. Pourquoi ajoute-t-on de la pierre ponce ?
5. Quel est le rôle de l'acide sulfurique ?
6. En vous aidant du tableau de données ci-dessous, retrouver les volumes d'acide éthanoïque et d'éthanol utilisés pour le mélange n°1 ainsi que les volumes d'eau et d'ester pour le mélange n°2.
7. Calculer la quantité d'ions oxonium H_3O^+ (provenant de l'acide sulfurique) introduits dans chaque mélange initial.
8. Les ions oxonium ne sont pas consommés pendant chaque réaction (estérification ou hydrolyse). Justifier. En déduire la quantité d'ions oxonium H_3O^+ à l'état final, noté $n(\text{H}_3\text{O}^+)_f$.

Dosage

9. Faire un schéma annoté du dispositif de dosage.
10. Lors du dosage, les ions H_3O^+ et l'acide éthanoïque CH_3COOH sont titrés en même temps. Déterminer, pour chacun des mélanges, la quantité de matière d'acide dans les 10,0 mL de solution titrée.
On notera $n(\text{acide})_f = n(\text{H}_3\text{O}^+)_f + n(\text{CH}_3\text{COOH})_f$ en précisant mélange n°1 ou mélange n°2.
11. En déduire la quantité de matière d'acide dans les 100,0 mL de chacun des mélanges à l'état final.
12. En déduire la quantité de matière, à l'état final, d'acide éthanoïque $n(\text{CH}_3\text{COOH})_f$ dans les mélanges n°1 et n°2.

Bilan

13. En utilisant un tableau d'avancement, donner la composition finale de chaque mélange (acide éthanoïque, alcool, ester et eau). Comparer les 2 mélanges à l'état final.

14. Calculer le rendement η de chaque réaction.

On rappelle que le rendement d'une réaction se calcule selon :

$$\eta = \frac{n(\text{produit})_{\text{exp}}}{n(\text{produit})_{\text{théorique si totale}}}$$

On ne néglige pas le bilan ! Il doit conclure le TP !



Tableau de données :

	acide éthanoïque	éthanol	éthanoate d'éthyle	eau
Masse molaire (g.mol^{-1})	60,0	46,0	88,0	18,0
Densité	1,05	0,79	0,90	1,00