

TPO 06: Synthèse de l'acétate de butyle

I - MODE OPERATOIRE

1. Estérification

- Dans un ballon de 250 mL placé sur un agitateur magnétique chauffant et surmonté d'un appareil de Dean-Stark, introduire successivement (toute la verrerie doit être parfaitement sèche) : 10 g de butan-1-ol, 8 g d'acide acétique glacial, 30 mL de cyclohexane, 0,5 g d'acide paratoluènesulfonique (APTS).
- Remplir le tube décanteur de cyclohexane jusqu'à sa partie supérieure. Chauffer à reflux pendant 45 minutes (vérifier que l'estérification est terminée avant d'arrêter le chauffage).

2. Extraction de l'acétate de butyle du milieu réactionnel

- Refroidir le ballon puis verser son contenu dans une ampoule à décanter contenant environ 50 mL d'eau glacée.
- Rincer le ballon avec le minimum d'eau glacée.
- Eliminer la phase aqueuse.
- Laver la phase organique avec successivement 25 mL d'eau glacée, 25 mL d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium à 5% puis 25 mL d'eau glacée.
- Vérifier que la dernière eau de lavage est neutre, sinon effectuer un autre lavage à l'eau glacée.
- Sécher la phase organique pendant au moins 20 minutes sur sulfate de magnésium anhydre puis filtrer.
- Evaporer le cyclohexane à l'évaporateur rotatif.

3. Purification de l'acétate de butyle par distillation

- Distiller la phase organique sous pression atmosphérique et recueillir l'acétate de butyle dans un erlenmeyer de 100 mL préalablement taré.
- Peser l'acétate de butyle recueilli.

4. Contrôles de pureté

Mesurer l'indice de réfraction et réaliser le spectre infrarouge de l'acétate de butyle synthétisé.

II- DONNEES

	Acide acétique	Butan-1-ol	Cyclohexane	APTS	Acétate de butyle
M (g.mol ⁻¹)	60,05	74,1	84	172,2	116,5
T _f	16,6	-89,5	7	106	-77,9
T _{eb}	117,9	117,2	81	187	126,5
Soluble dans	cyclohexane, eau, éthanol, acétone, benzène	cyclohexane, eau, éthanol, éther, acétone, benzène	-	cyclohexane, eau	cyclohexane, éthanol, éther, benzène
n ^D à 20°C	1,371	1,399	1,426	-	1,394
Divers	pKa = 4,75	-	-	pKa = 0,7	-
Sécurité	Inflammable, Corrosif	Inflammable Irritant	Inflammable, Irritant	Irritant	Inflammable

Hétéroazéotropes

cyclohexane/eau (91/9) T = 70°C
 cyclohexane/acide acétique (9/91) T = 79°C
 cyclohexane/butanol (96/4) T = 80°C

Eau/ acétate de butyle (27/73) T = 90,7 °C
 Eau/Butanol (55/45) T = 93
 Butanol/Acétate de butyle (67/33) T = 118

III- QUESTIONS

Compte –rendu :

- 1) Pourquoi est-il préférable d'utiliser de la verrerie sèche pour réaliser l'estérification ?
- 2) Qu'est-ce que de l'acide acétique *glacial* ?
- 3) Quel est le rôle de l'APTS ? Permet-il d'améliorer le rendement de la réaction ?
- 4) Quel est l'intérêt de l'APTS par rapport à d'autres acides tels que l'acide sulfurique ou l'acide nitrique ?
- 5) Expliquer le principe de fonctionnement et l'intérêt du Dean-Stark.
- 6) Comment peut-on savoir si la réaction est terminée ?
- 7) Expliquer le rôle des lavages de la phase organique. Ecrire les équations des éventuelles réactions se déroulant lors de ces lavages. Faire le lien avec d'éventuelles observations expérimentales.
- 8) Quel est l'intérêt de mesurer le pH de la dernière eau de lavage?

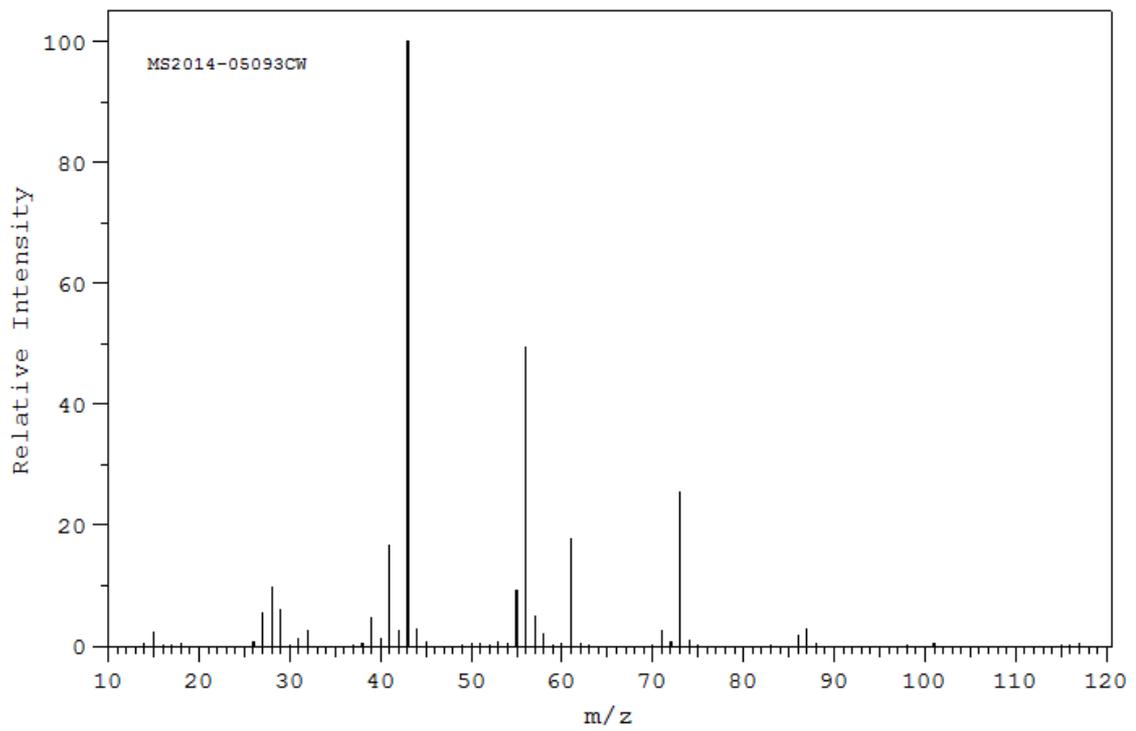
Synthèse

- 9) Calculer le rendement de la synthèse après purification.
- 10) A l'aide de la mesure de l'indice de réfraction, conclure quant à la pureté de l'acétate de butyle synthétisé.
- 11) Analyser le spectre IR réalisé (on pourra comparer aux spectres des réactifs fournis en fin d'énoncé)
- 12) En annexe est fourni le spectre de masse de l'acétate de butyle. Identifier le pic de base et le pic parent. Donner la structure du pic de base.

Informations spectroscopiques

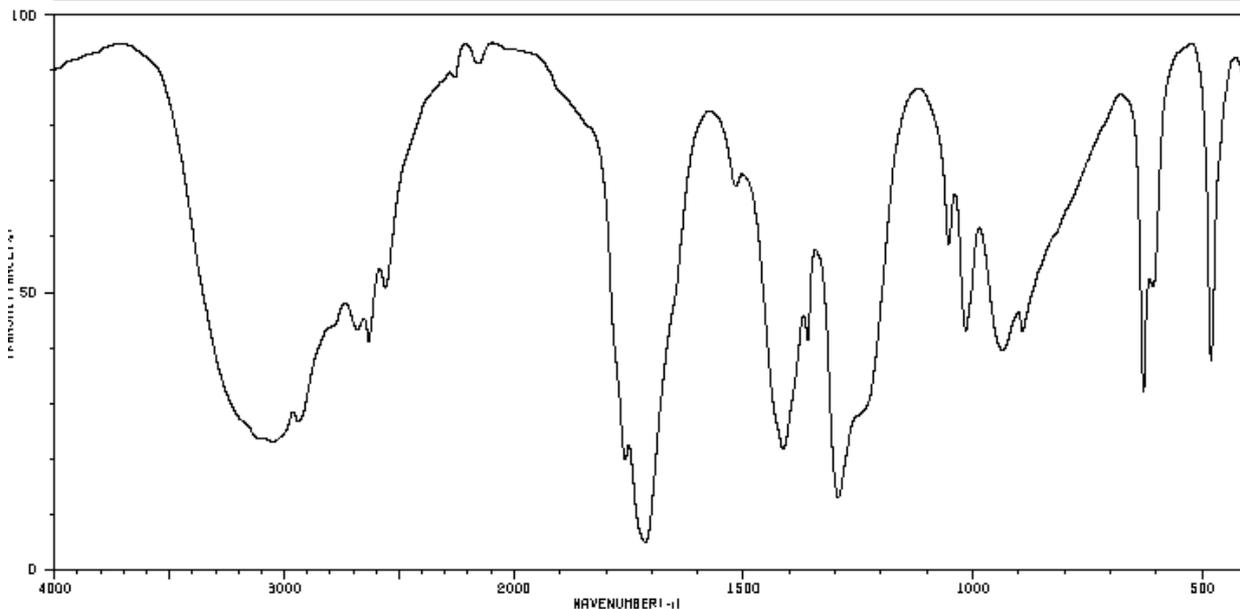
MS2014-05093CW
butyl acetate
C6H12O2

SDBS NO. 3292
(Mass of molecular ion: 116)

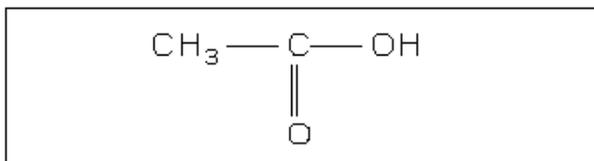


Source Temperature: 250 °C
Sample Temperature: 250 °C
Reservoir, 70 eV

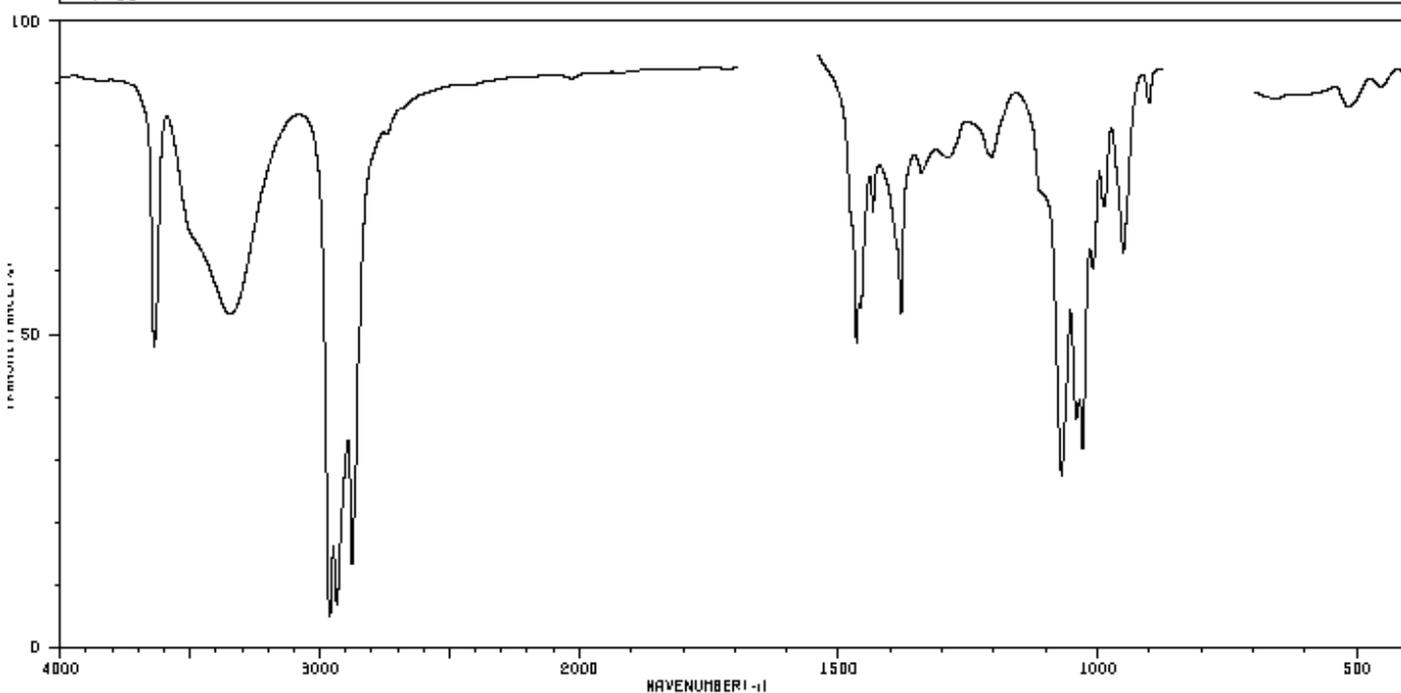
ACETIC ACID



2937	26	1414	20	629	31
2684	41	1360	39	607	49
2651	39	1294	12	461	36
2669	49	1063	67	473	62
1758	19	1016	41		
1714	4	935	37		
1617	66	892	41		



1-BUTANOL



3638	46	1434	66	1029	30	616	84
3344	52	1380	52	1009	58	454	86
2961	4	1340	72	987	88		
2934	6	1288	74	951	60		
2875	12	1206	74	907	86		
1466	47	1070	26	901	84		
1457	62	1041	36	896	86		

