

CHM2523 – Exp. no. 7 - PROTOCOLE EXPÉRIMENTAL

L'estérification de Fischer

1. Pesez un ballon à fond rond sec de 50 mL et dissolvez 1 g d'acide benzoïque dans 25 mL de méthanol. Placez un barreau magnétique dans le ballon et attachez-le dans la hotte au-dessus d'un agitateur magnétique.
2. Ensuite, ajoutez lentement 5 gouttes (1,0 mL) d'acide sulfurique concentré en agitant continuellement.
3. Fixez un réfrigérant à l'eau sur le ballon et, en utilisant un manque chauffante, chauffez doucement à reflux le mélange pendant 60 minutes.
4. Refroidissez la solution à la **température de la pièce** et transférez-la dans votre ampoule à décanter contenant 25 mL d'eau.
5. Sous la hotte, rincez le ballon avec ~25 mL de dichlorométhane et versez cette solution dans l'ampoule à décanter. Extrayez et mettez la phase aqueuse de côté.
6. Lavez la phase organique avec une seconde portion de 15 mL d'eau, puis avec 15 mL d'une solution de bicarbonate de sodium à 5%. Lavez la phase organique avec 20 mL d'une solution saturée de chlorure de sodium. Mettez la phase organique de côté dans un bécher étiqueté pour l'étape 10.
7. Mélangez les phases aqueuses et acidifiez avec l'addition goutte par goutte de l'acide hydrochlorique. Quand le mélange est rendu assez acide (vérifiez avec un papier de litmus), l'acide benzoïque précipitera. Attendez 5 minutes pour laisser les cristaux à se former. Si les cristaux précipitent, super! Sautez à l'étape no.9.
8. Si les cristaux ne se forment pas, faites une autre extraction. Mélangez cette phase aqueuse avec 20 mL de dichlorométhane dans l'étonnoir. Effectuez une extraction. Évaporez le solvant dans un bain de vapeur, et déterminez la masse des cristaux. Vous aurez besoin de cette valeur pour les calculs de K_{eq} .
9. Isolez les cristaux d'acide benzoïque de l'étape 7 par filtration sous vide, en lavant les cristaux avec l'eau froide. Laissez les cristaux à sécher jusqu'à la fin de la séance, et ensuite notez leur masse. Vous aurez besoin de cette valeur pour les calculs de K_{eq} .
10. Transférez la phase organique de l'étape 6 dans un ballon à fond rond de 100 mL **pré-pesé**.
11. Fixez un adaptateur à trois voies et un condenseur avec un thermomètre, et distillez le solvant à l'aide d'un chauffe ballon jusqu'à ce qu'il vous reste seulement l'ester.
12. Déterminez le rendement du benzoate de méthyle. Notez l'odeur de l'ester.
13. Déterminez la valeur de K de l'ester en utilisant (a) le rendement de l'acide benzoïque non-réagit, et (b) le rendement du benzoate de méthyle. Comparez vos deux valeurs de K observés avec la valeur théorique. Quelle est l'importance de la valeur de K? Est-ce que la valeur est supérieure à 1? Plus petite que 1? Ou à peu près 1?

Analyse spectroscopique :

En utilisant la spectroscopie RMN 1H, expliquez comment établir si une synthèse est réussie avec l'isolement de votre produit de benzoate de méthyle. Quels pics préviendriez-vous si votre produit était

impur? Construire un tableau contenant des déplacements chimiques, l'intégration et la multiplicité pour chaque pic prévu avec une description claire de quel pic correspondant à quel proton. Il est recommandé d'étiqueter les protons A-Z sur un dessin de la molécule et d'inclure une colonne pour l'étiquette dans votre tableau.

En utilisant la spectroscopie IR, expliquez comment établir si une synthèse est réussie avec l'isolement de votre produit de benzoate de méthyle. Quels groupes préviendriez-vous si votre produit était impur? Construire un tableau contenant le nombre d'onde, l'intensité et le type de vibration infrarouge pour des parties importantes des molécules.

RAPPORT (66 POINTS)

Votre rapport doit inclure les sections suivantes:

- Introduction (théorie /4, objectifs expérimentaux /4, mécanisme /4)
- (n.b. pour le mécanisme, vous avez à montrer l'hydrolyse de l'ester dans la présence de l'eau et l'acide.)
- Table des réactifs (4 points)
- Protocole expérimentale (2 point)
- Observations et Résultats (6 points)
- Calculs (6 points)
 - Valeur de K théorique
 - Valeur de K observé
 - Rendement
- Organigramme (10 points)
- Discussion (analyse des résultats /4, étapes clés /4, analyse des erreurs/4)(12 points)
- Analyse spectroscopique (10)
- Style d'écriture (communication scientifique, syntaxe de langage, grammaire et orthographe) (4 points)