

Expérience # 2

Préparation du benzoate de méthyle

1. But

Le but de l'expérience consistera à préparer le benzoate de méthyle par estérification d'un acide carboxylique (S_N sur carbonyle).

2. Théorie

Les esters sont des composés qui sont largement utilisés dans les parfums car ils dégagent souvent une odeur agréable. Ils sont présents dans plusieurs végétaux (fruitiers). Ce sont aussi des constituants de plusieurs phéromones.

Les esters sont aussi présents dans la classe biologique des lipides (figure 1). En effet, les acides gras (fabrication du savon) sont présents dans les lipides sous la forme d'esters d'acides gras (triglycérides)

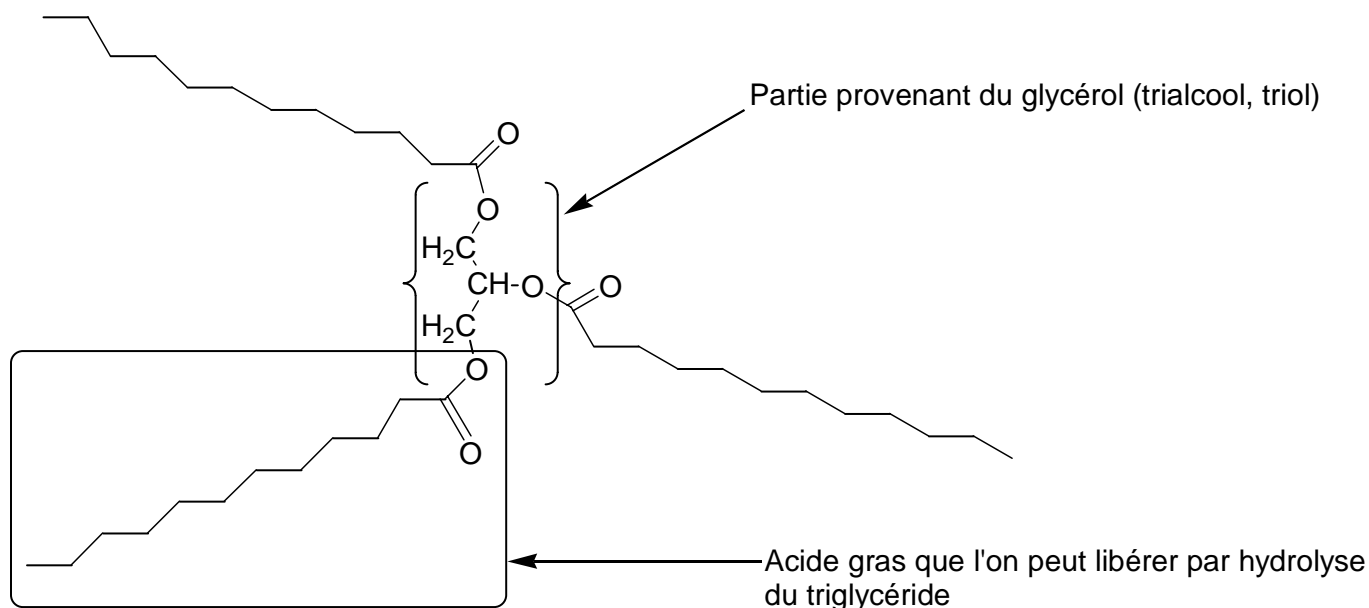


Figure 1. Exemple d'un lipide (triglycéride du glycérol et de l'acide laurique (12 C))

Les esters sont faciles à produire à partir de réactifs possédant un groupement carbonyle ainsi qu'un groupement amovible nucléophile associé au carbonyle (acide carboxylique, halogénures d'acyle, anhydrides. Il suffit d'ajouter un excès d'un alcool pour favoriser la réaction directe. Il faut toutefois faire attention car l'ester produit peut subir une réaction d'hydrolyse qui produirait l'acide carboxylique de départ. Il faut donc limiter la quantité d'eau présente dans le mélange réactionnel afin de limiter cette réaction compétitive.

Les deux réactions sont favorisées en milieu acide. L'oxygène du carbonyle est dans un premier temps protoné par le milieu acide. Le carbone du carbonyle devient alors plus électropositif donc meilleur attracteur pour le nucléophile.

3. Mode opératoire

1. Effectuez l'assemblage d'un montage à reflux (ie. Fabrication du savon) en utilisant un ballon de 100 mL et une mante chauffante adaptée.
2. Ajoutez exactement environ 6,5 g d'acide benzoïque ainsi qu'un excès de méthanol qui correspondra à environ six à huit fois la quantité molaire (calculez) du réactif limitant (on veut favoriser l'équilibre dans le sens direct). Ajoutez lentement 1 mL d'acide sulfurique concentré au mélange réactionnel.
3. Portez le tout à ébullition pendant environ 45 minutes.
4. Refroidissez lentement et versez le tout dans une ampoule à décantation qui contient environ 25 mL d'eau distillée froide. Rincez le montage avec 15 mL d'éther (éthoxyéthane) et ajoutez à l'ampoule.
5. Effectuez l'extraction (attention au dégagement gazeux) et décantez la couche aqueuse (haut, bas ??? comment savoir ☺?).
6. Rincez la couche organique avec 10 mL d'eau distillée et enfin avec 15 mL d'une solution aqueuse de carbonate de sodium.
7. Asséchez la couche organique (dans une fiole conique) avec du sulfate de magnésium anhydre et filtrez le tout dans un ballon à distiller de 50 mL propre et sec.
8. Assemblez un montage à distillation et distillez votre benzoate de méthyle. Déterminez vous-même la température de la fraction que vous collecterez (notez cette gamme de températures).
9. Recueillez votre produit dans une petite fiole préalablement pesée pour le conserver pour la prochaine expérience (Identifiez correctement).
10. Déterminez l'indice de réfraction et tracez le spectre infrarouge de votre composé (comparez avec les données de la littérature. NIST webbook est une très bonne source d'informations pour les spectres ir : <http://webbook.nist.gov/chemistry/>).
11. Si le temps le permet, déterminez le point d'ébullition précisément à l'aide de la microméthode.

4. Cahier de laboratoire

1. Titre de l'expérience
2. But
3. Résumé des manipulations sous la forme d'un organigramme (ou collez votre protocole)
4. Données et observations

5. Rapport de laboratoire

1. Page titre
2. Données et observations (4,0 pts)
 - Ajoutez l'équation chimique ainsi que le mécanisme réactionnel de la réaction principale dans cette section.
 - Ajoutez l'équation chimique ainsi que le mécanisme réactionnel de la réaction compétitive d'hydrolyse dans cette section.
3. Résultats (4,0 pts) ***** La qualité des résultats est évaluée*****
 - Comparez avec les données de la littérature et expliquez les principales bandes du spectre infrarouge.
4. Discussion (2,0 pts)