

Manipulation 311 : Synthèse de l'acétate de benzyle

Matériel et produits :

- Acide acétique glacial
- Alcool benzylique
- Cyclohexane
- APTS
- Diéthyle éther
- Solution aqueuse saturée de NaHCO_3
- Solution aqueuse saturée de NaCl
- Sulfate de magnésium anhydre
- Dichlorométhane, éther de pétrole
- Dean Stark

Protocole :

Montage avec Dean-Stark :

Dans un ballon monocolle de 50mL, ajouter :

- 3mL d'acide acétique glacial
- 5mL d'alcool benzylique
- 5mL de cyclohexane
- 100mg d'APTS

Assembler le montage de Dean-Stark et remplir le tube graduée de cyclohexane (attention bien calorifuger avec coton et aluminium)

Mettre le montage a reflux

Lorsque le volume d'eau n'évolue plus (environ 30min), stopper le reflux

Faire une CCM

Si la réaction est finie, noté V_{eau} = dans le DS

Sinon relancer le reflux 15min

Ajouter 10mL d'eau distillée puis séparer les phases

Extraire la phase aqueuse par 3x10mL d' Et_2O

Laver les phases organiques par 30mL de solution de NaHCO_3 saturée (mélange dans un erlen)

Puis laver la phase organique pas 20mL de NaCl saturée

Sécher sur sulfate de magnésium anhydre, filtrer et évaporer le solvant dans un ballon taré ($m =$)

Montage sans DS :

Refaire la même manipulation mais en mettant un réfrigérant au lieu d'eau Dean-Stark

Caractérisation :

CCM (éluant : dichlorométhane, éther de pétrole : 7/3)

IR et RMN

Inde de réfraction (théorique = 1,5002)