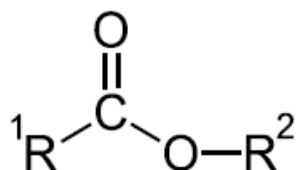


# Synthèse d'estérification de Fischer d'acétate d'isopentyle (huile de banane) : picoSpin 45

## Introduction

Les esters sont une classe de composés présents en abondance dans la nature. Les esters de bas poids moléculaire ont tendance à avoir des saveurs caractéristiques et des odeurs agréables qu'on associe généralement aux huiles essentielles – même si les huiles essentielles résultent souvent d'un mélange complexe de composés naturels.



Les chaînes latérales des groupes  $\text{R}^1$  et  $\text{R}^2$  peuvent être des chaînes aliphatiques linéaires ou ramifiées, ou des groupes aromatiques identiques ou différents.

Le groupe fonctionnel ester peut être synthétisé par de nombreuses méthodes. L'approche la plus simple est l'estérification de Fischer. Par ce procédé, les esters sont produits par reflux d'un acide carboxylique et d'un alcool en présence d'un catalyseur acide concentré. Pour exploiter le principe de Le Chatelier et décaler la position de l'équilibre vers la droite, on ajoute à l'excès l'un des réactifs dans le mélange réactionnel. Naturellement, il est judicieux de choisir le réactif moins cher – dans notre cas, l'acide carboxylique. Pour produire l'ester, le mécanisme de la réaction implique la protonation initiale du groupe carboxyle, l'attaque nucléophile par le groupe hydroxyle, le transfert de protons, et la perte de l'eau suivie par la perte de l'acide catalyseur. Le procédé, qui est thermodynamiquement contrôlé, produit l'ester le plus stable. En général, seuls les alcools primaires et secondaires sont utilisés pour la méthode de Fischer – les alcools tertiaires étant sujets à l'élimination (déshydratation). Dans ce laboratoire, vous effectuerez une estérification de Fischer pour synthétiser l'acétate d'isopentyle à partir d'alcool isopentyle et d'acide acétique.

## Objectif

Le but de cette expérience est de synthétiser de l'acétate d'isopentyle (acétate de 3-méthylbutyle) en provoquant une réaction d'estérification entre l'acide acétique et l'alcool isopentyle (3-méthylbutanol), à l'aide d'acide sulfurique concentré utilisé comme catalyseur. Le produit sera ensuite lavé, distillé, puis caractérisé par spectroscopie RMN.

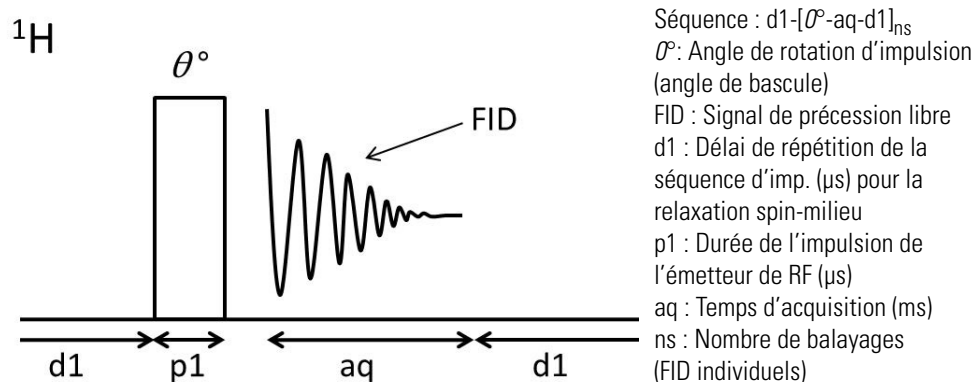
## Documentation

Adapté de : Gokel, H. D.; Durst, G. W. *Experimental Organic Chemistry*; McGraw-Hill, New York, 1980; pp 344-348.

Weast, Robert C., éd. *CRC Handbook of Chemistry and Physics*. 70<sup>e</sup> éd. Boca Raton, FL: CRC Press, Inc., 1990.

## Séquence d'impulsions

Dans cette expérience, nous utilisons une impulsion unique standard de 90°. Le délai (d1) de répétition de la séquence d'imp. est ajusté pour maximiser l'intensité du signal avant le moyennage du signal du prochain FID.



## Procédures et analyse

*Temps requis* : 3 à 3,5 heures

*Difficulté* : Modérée

*Échantillon* : acide acétique, alcool isopentyle, acétate d'isopentyle

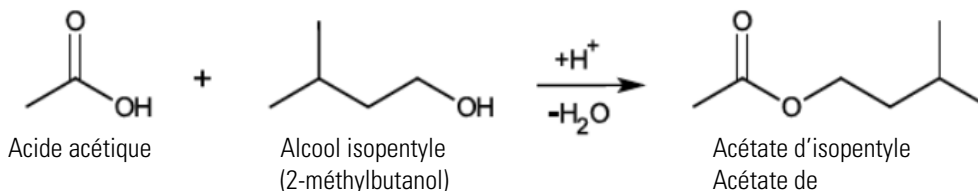
*Équipement/matériel* :

- picoSpin 45
- Logiciel de traitement RMN (Mnova™)
- Support pour l'anneau
- Bain de sable (ou chauffe-ballon)
- Granules pour ébullition
- Entonnoir
- Thermomètre
- Pinces (flask ou Keck)
- Appareil de distillation simple
  - Flacon à fond rond de 100 ml
  - Flacon Erlenmeyer de 25 ml
  - Condenseur
  - Adaptateur tridirectionnel
  - Adaptateur de vide
- Adaptateur de thermomètre
- Anneau de fer
- Bain de glace
- Filtre de seringue (filtre optionnel)
- Port de seringue
- Bouchon de port
- Tubulure
- Appareil de distillation à reflux
  - Flacon à fond rond de 50 ml
  - Condenseur
  - Tube de séchage
- Kit d'accessoires picoSpin
  - Seringues en polypropylène de 1 ml
  - Aiguilles à pointe ronde de jauge 22
  - Ensemble de tubulures de vidange
- Filtre d'arrivée de flux

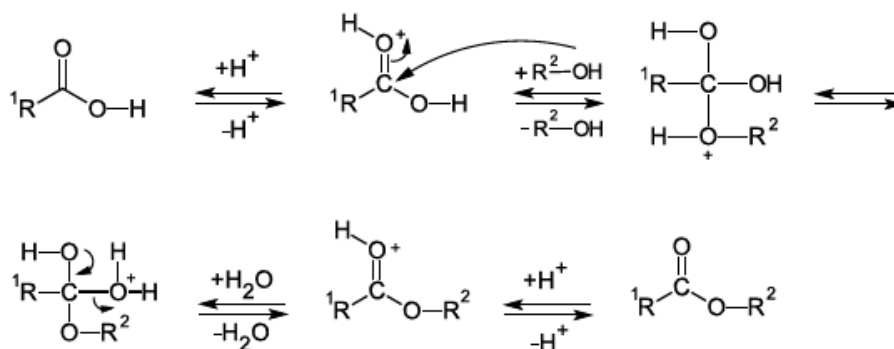
### Caractéristiques physiques

Substance	FW (/mol)	Quantité	MP (°C)	BP	Densité (g/ml)
Acide acétique (anhydr.)	60,05	25 ml	118		1,049
Acétate d'isopentyle	130,1	produit		142	0,876
Alcool isopentyle	88,15	20 ml		130	0,809
Conc. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	98,08	5 ml			1,841
NaHCO <sub>3</sub> à 5 %	84,01	250 ml			1,0018
NaCl sat.		10 ml			
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (anhydr.)	142,04				

## Réaction



## Mécanisme



## Précautions de sécurité



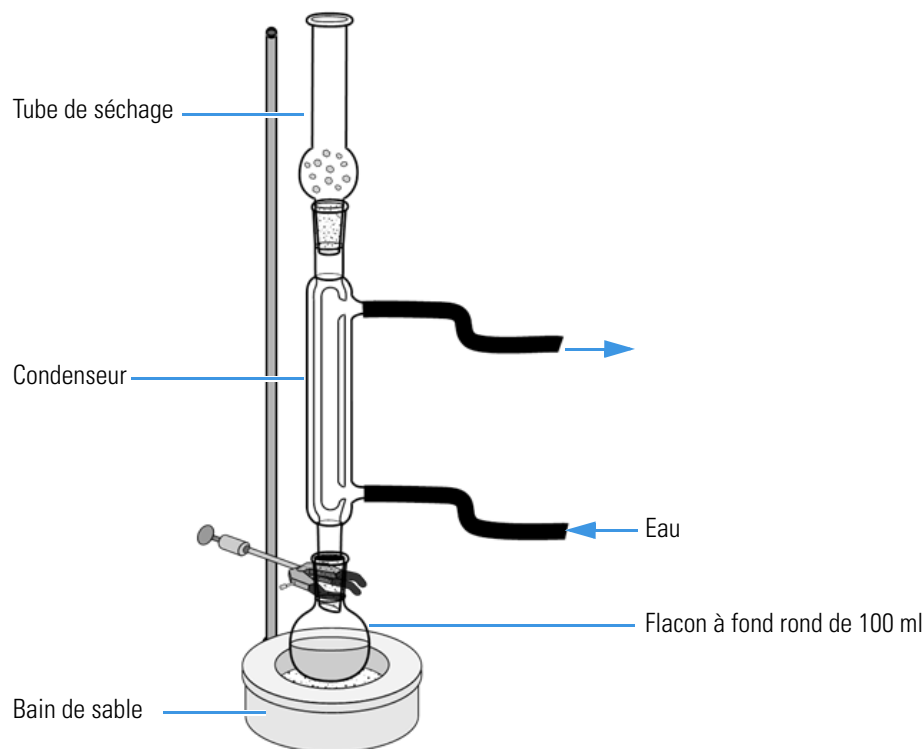
**AVIS** Veillez à ce que toutes les personnes qui utilisent ce système lisent au préalable le manuel Site et sécurité.

## Procédure expérimentale

- Dans un flacon à fond rond de 100 ml, versez 25 ml (0,420 mol) d'acide acétique glacial, puis 20 ml (0,185 mol) d'alcool isopentyle (3-méthyl-1-butanol).  
Agitez le flacon pour mélanger les couches.
- Ajoutez à la solution 5 ml d'acide sulfurique concentré (attention : portez des gants de protection).  
Agitez le flacon une fois l'acide sulfurique ajouté (attention : chaleur générée).
- Ajoutez quelques granules pour ébullition dans le flacon, puis placez un condenseur à reflux avec des joints légèrement graissés sur le flacon, comme illustré à la [Figure 1](#).

**Figure 1**

Appareil à reflux avec exclusion d'humidité



4. Porter la solution à ébullition à l'aide d'un bain de sable, d'un chauffe-ballon ou d'une flamme, et chauffez à reflux pendant 1 heure.

5. Le reflux terminé, laissez la solution refroidir à température ambiante.

Transférez la totalité de la solution dans un entonnoir et ajoutez 50 ml d'eau distillée. Agitez la solution, laissez les couches se séparer, puis retirez la couche aqueuse inférieure.

6. Ajoutez une autre part de 25 ml d'eau distillée, agitez, laissez les couches se séparer puis retirez la couche aqueuse inférieure.

7. Extrayez la couche organique à l'aide de trois parts de 25 ml d'une solution aqueuse de bicarbonate de sodium à 5 % pour éliminer l'acide acétique en excès.

**Remarque** Agissez avec précaution, en raison du dégagement de dioxyde de carbone lors de l'extraction.

8. Testez le dernier extrait (à l'aide de papier pH). Si la phase aqueuse n'est pas basique, extrayez la phase organique en utilisant les deux autres parts de 25 ml de solution de bicarbonate de sodium ( $\text{NaHCO}_3$ ).

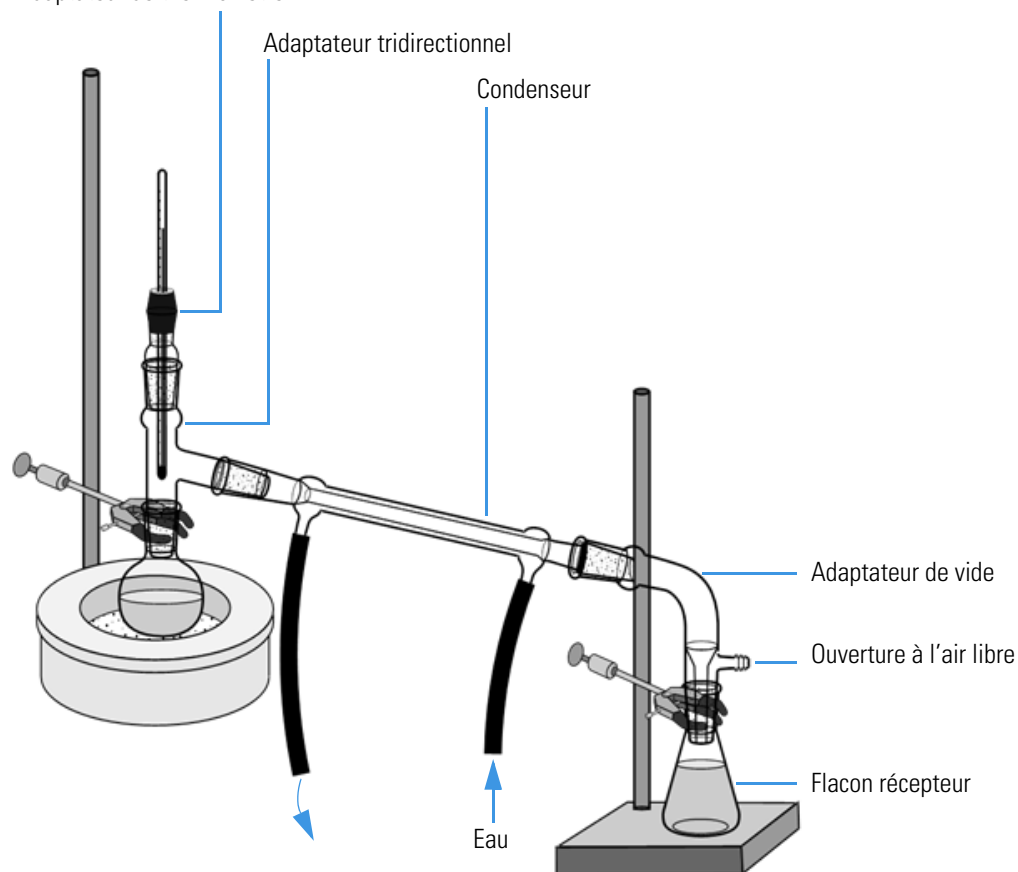
9. Après élimination de l'acide acétique, lavez la phase organique en utilisant les deux parts de 5 ml de solution saturée de sel.

10. Transférez la couche organique dans un flacon d'Erlenmeyer de 50 ml et laissez-la sécher sur du sulfate de sodium granulaire anhydre ( $\text{Na}_2\text{SO}_2$ ) ou du sulfate de magnésium ( $\text{MgSO}_4$ ).
11. Après séchage (le liquide doit être limpide), laissez décanter la couche organique dans un flacon à fond rond de 50 ml.
12. Assemblez un appareil de distillation simple, comme illustré à la [Figure 2](#)

**Figure 2**

Appareil de distillation simple

Adaptateur de thermomètre



13. Ajoutez plusieurs granules pour ébullition et distillez, en utilisant un bain de sable, un chauffe-ballon ou une flamme.
14. Refroidissez le flacon récepteur dans un bain de glace.
15. Recueillez la fraction distillée entre  $135\text{ }^\circ\text{C}$  et  $143\text{ }^\circ\text{C}$ .

Vous devriez avoir obtenu un rendement de 80 à 90 % de produit limpide, incolore, dégageant une odeur intense de banane.

## Analyse

### Requis :

Acquérez les spectres RMN  $^1\text{H}$  suivants :

- Acide acétique (réactif)
- 3-méthylbutanol (réactif)
- Acétate de 3-méthylbutyle (produit distillé)

### En option :

Acquérez les spectres RMN  $^1\text{H}$  suivants :

- Mélange réactionnel initial (avant reflux)
- Mélange réactionnel après reflux
- Après lavage avec une solution de  $\text{H}_2\text{O}$  puis de  $\text{NaHCO}_3$
- Après lavage avec une solution de  $\text{NaHCO}_3$ , extraction de sel et séchage

### Préparation de l'échantillon RMN

À l'aide d'une seringue neuve jetable en polypropylène de 1 ml munie d'une aiguille à pointe ronde de jauge 22 de 1,5 pouces (3,8 cm), aspirez environ 0,5 ml d'acide acétique glacial et transférez ce liquide dans un flacon de 0,5 ou 1 dram.

Si disponible, à l'aide d'une seringue neuve jetable en polypropylène de 1 ml munie d'une aiguille à pointe ronde de jauge 22 de 1,5 pouces (3,8 cm) aspirez 6 à 10 gouttes de tétraméthylsilane (TMS) et les ajouter à l'échantillon

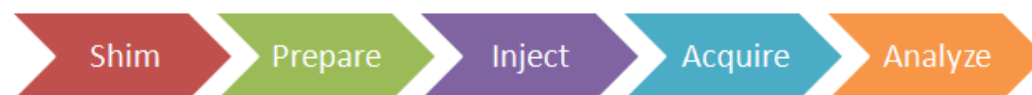
**Remarque** Le TMS commence à bouillir, immédiatement après l'insertion de l'aiguille de la seringue. C'est la raison pour laquelle le transfert de l'échantillon doit être effectué rapidement.

Répétez cette procédure pour la préparation des échantillons de 3-méthylbutanol et d'acétate de 3-méthylbutyle destinés à l'analyse RMN.

**Remarque** Certains échantillons facultatifs sont aqueux – par conséquent, n'ajoutez pas de TMS.

## Procédure instrumentale

La procédure générale d'analyse des échantillons au moyen d'un spectromètre de RMN picoSpin est la suivante :



## Homogénéisation

Assurez-vous que le spectromètre RMN est prêt à accepter des échantillons et que le champ est homogénéisé.

## Préparation

1. Vider la cartouche capillaire de son liquide d'homogénéisation en injectant de l'air avec la seringue
2. Rincez la cartouche avec 0,1 ml de chloroforme, puis déplacez le solvant avec une poussée d'air.
3. Mettez en route le script OnePulse selon les paramètres indiqués dans le tableau Script d'impulsion.

## Préparation de l'échantillon RMN

À l'aide d'une seringue neuve jetable en polypropylène de 1 ml munie d'une aiguille à pointe ronde de jauge 22 de 1,5 pouces (3,8 cm), aspirez environ 0,5 ml d'acide acétique glacial et transférez ce liquide dans un flacon de 0,5 ou 1 dram.

Aspirez rapidement et ajoutez 6 à 10 gouttes de tétraméthylsilane (TMS), si disponible, à cet échantillon à l'aide d'une seringue neuve jetable en polypropylène de 1 ml munie d'une aiguille à pointe ronde de jauge 22 de 1,5 pouces (3,8 cm).

**Remarque** Le TMS commence à bouillir, immédiatement après l'insertion de l'aiguille de la seringue. C'est la raison pour laquelle le transfert de l'échantillon doit être effectué rapidement.

Répétez cette procédure pour la préparation des échantillons de 3-méthylbutanol et d'acétate de 3-méthylbutyle destinés à l'analyse RMN.

**Remarque** Certains échantillons facultatifs sont aqueux – par conséquent, n'ajoutez pas de TMS.

## Injection

1. À l'aide d'une seringue neuve jetable en polypropylène de 1 ml munie d'une aiguille à pointe ronde de jauge 22 de 1,5 pouces (3,8 cm), aspirez une aliquote de 0,2 ml d'échantillon.
2. Injectez environ la moitié de l'échantillon.  
  
Vérifiez que toutes les bulles d'air ont été évacuées de la cartouche en examinant la tubulure de vidange.
3. Fermez les ports d'entrée et de sortie avec des bouchons en PEEK.



## Acquisition

1. Exécutez le script OnePulse en respectant les valeurs fournies dans le tableau de paramètres.
2. Une fois le script OnePulse terminé, préparez la cartouche pour le prochain utilisateur en nettoyant la cartouche selon la séquence d'injection suivante : air, solvant, air.

## Script d'impulsion : OnePulse

Paramètre	Valeur
fréquence tx ( <b>tx</b> )	fréquence de Larmor des protons (MHz)
balayages ( <b>ns</b> )	16 ou 25
durée de l'impulsion ( <b>pl</b> )	durée de l'impulsion de 90° spécifique à l'instrument
temps d'acquisition ( <b>aq</b> )	750 ms
délai de répétition de la séquence d'imp. T1 ( <b>d1</b> )	10 s
largeur de bande ( <b>bw</b> )	4 kHz
atténuation post-filtre ( <b>pfa</b> )	10 (11) <sup>a</sup>
correction de phase ( <b>ph</b> )	0 degré (ou n'importe quelle valeur)
filtre exponentiel ( <b>LB</b> )	0 Hz
points max. sur le graphique	400
durée max. sur le graphique	250 ms
fréq. min. sur le graphique	-200 Hz
fréq. max. sur le graphique	+1000 Hz
remplissage zéro ( <b>zf</b> )	8192
données align.-moy.	✓
graphique en temps réel	✓
moy. JCAMP	✓
ind. JCAMP	Non vérifiée

<sup>a</sup> Choisissez les valeurs de **pfa** par défaut de l'instrument

## Traitement

Téléchargez les fichiers de spectres expérimentaux JCAMP et ouvrez-les après importation dans Mnova™. Le signal de précession libre (FID) fera l'objet d'une transformation automatique de Fourier ; un spectre sera affiché.

Pour chaque spectre, appliquez les étapes de traitement suivantes en utilisant les paramètres fournis :

Fonction	Valeur
Remplissage zéro (zf) et prédiction linéaire (LP)	16 k
Prédiction avant (FP)	À partir de : → 16 k
Prédiction arrière (BP)	À partir de : -2 → 0
<b>Correction de phase (PH)</b>	PH0 : Ajuster manuellement
	PH1 : 0
Apodisation	
Exponentielle (LB)	0,6 Hz
Premier point	0,5
Référence de décalage (CS)	Référencer manuellement
Désignation pic (pp)	Sélectionner les pics manuellement
Intégration (I)	Sélection automatique
Analyse de multiplets (J)	-

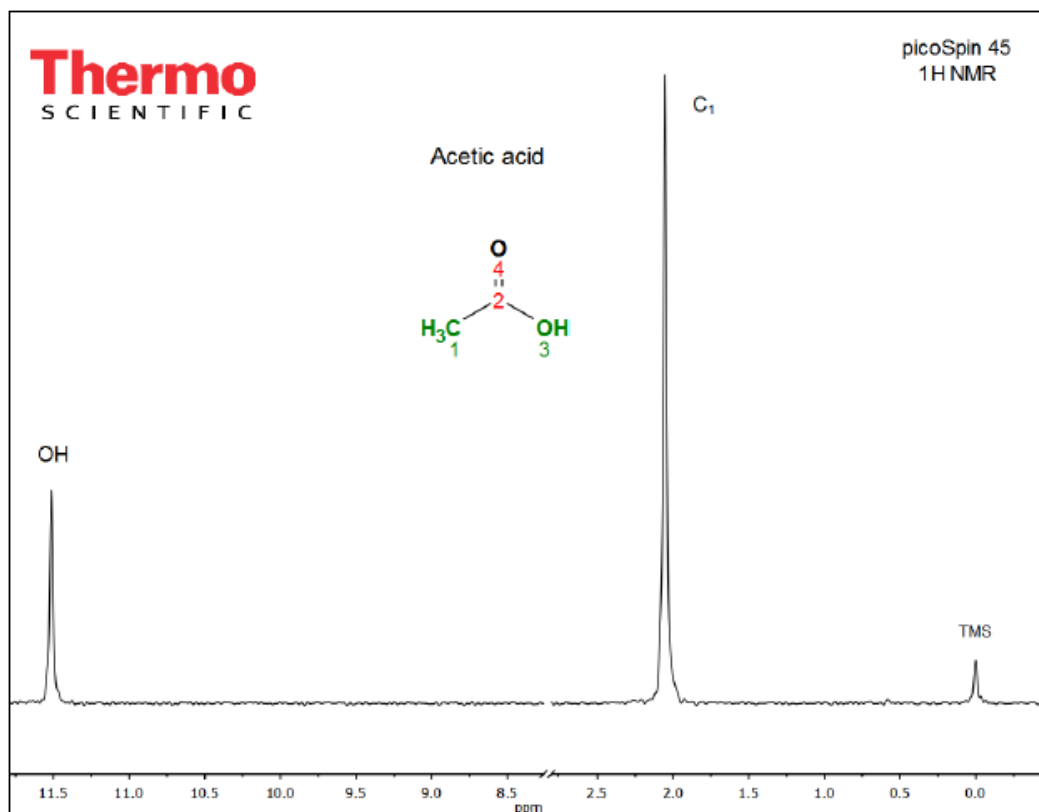
1. Importez chaque fichier de données dans le même espace de travail dans Mnova.
2. Appliquez manuellement la correction de phase ph0 à chaque spectre.
3. Changez manuellement de référence pour chaque spectre en utilisant l'outil TMS de Mnova.
4. Attribuez le signal TMS (0 ppm) ou le signal CHCl<sub>3</sub> (7,24 ppm), selon le signal présent.
5. Identifiez et attribuez chaque signal dans le spectre.
6. Enregistrez le document Mnova, imprimez tous les spectres et collez-les dans votre carnet de laboratoire.

## Résultats

L'acide acétique (Figure 3) contient un acide carboxylique. Les spectres RMN ( $^1\text{H}$ ) de protons d'acides carboxyliques sans solvant sont identifiés par un déplacement chimique des protons acides vers le bas champ (haute fréquence) caractéristique. La nature acide des protons d'acide carboxylique est responsable du fort déblindage des protons (les signaux apparaissant typiquement entre 11 et 12 ppm). Les protons acides ont également une liaison hydrogène intramoléculaire et un échange rapide ; l'échange rapide des protons tend à produire des signaux étroits. L'ajout d'une goutte de  $\text{D}_2\text{O}$  (eau lourde) à l'échantillon provoque la disparition du pic ; ceci est la preuve de la présence d'un acide carboxylique, mais il faut savoir que les protons labiles des alcools, des amines, des thiols, des phénols et des énols ont un comportement d'échange identique. En outre, les protons acides ont un échange intermoléculaire avec des protons labiles d'autres composés, tels que l'eau, provoquant l'élargissement du signal et son décalage vers le haut champ (basse fréquence), plus proche du déplacement chimique du proton labile.

**Figure 3**

Spectre RMN  $^1\text{H}$  (45 MHz) complet d'acide acétique (anhydr. ; sans solvant)

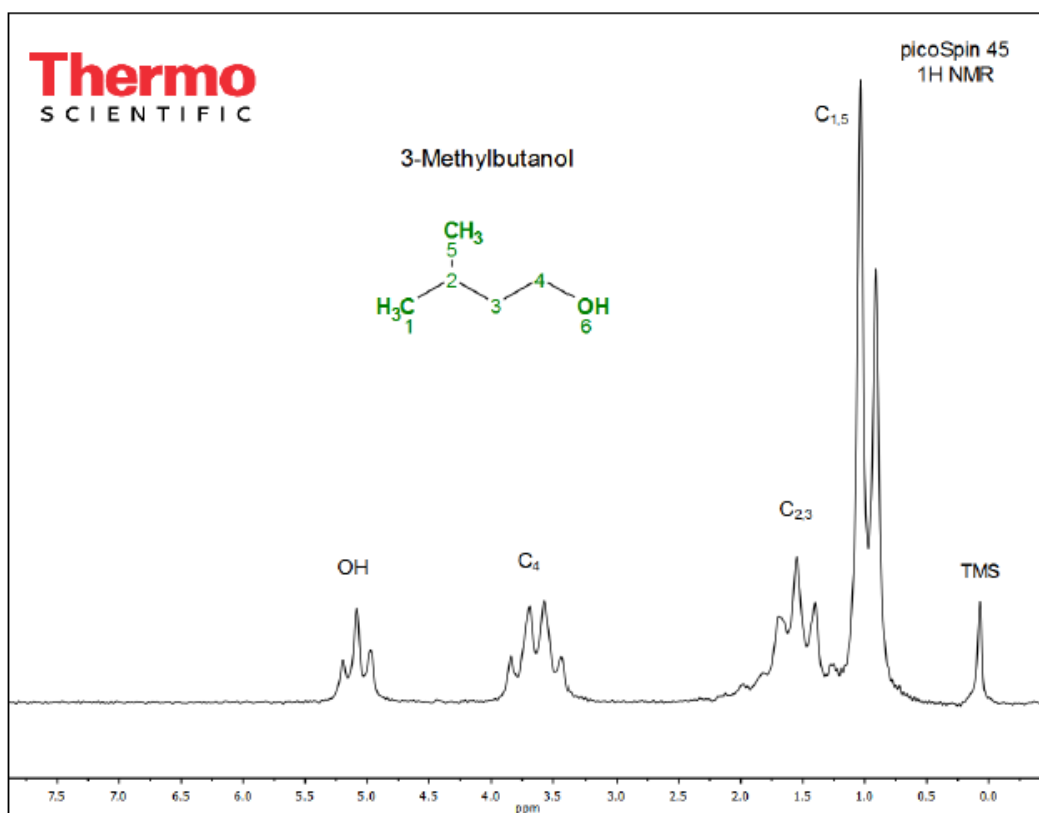


Un trait caractéristique du spectre RMN  $^1\text{H}$  du 3-méthylbutanol (Figure 4) est la présence d'un triplet d'alcool couplé apparaissant vers 5 ppm. Une structure de triplet est observée, les protons de l'alcool subissant un échange dynamique à diverses vitesses ; l'échange rapide conduit à des protons hydroxyles non couplés avec les protons voisins, résultant en un

singulet. Cependant, l'échange lent rend possible le couplage tel que celui observé avec le 3-méthylbutanol où le proton du groupe hydroxyle est couplé avec deux protons de méthylène sur l'atome de carbone  $C_4$  voisin, résultant en un triplet. L'empêchement stérique et la liaison intramoléculaire peuvent également interférer avec l'échange dynamique, permettant le couplage avec les protons adjacents. Les protons  $C_4$  (3,5 ppm), à leur tour, sont couplés avec les protons d'alcool et deux protons de méthylène à la position  $C_3$ , générant un signal de quadruplet à la place d'un triplet.

**Figure 4**

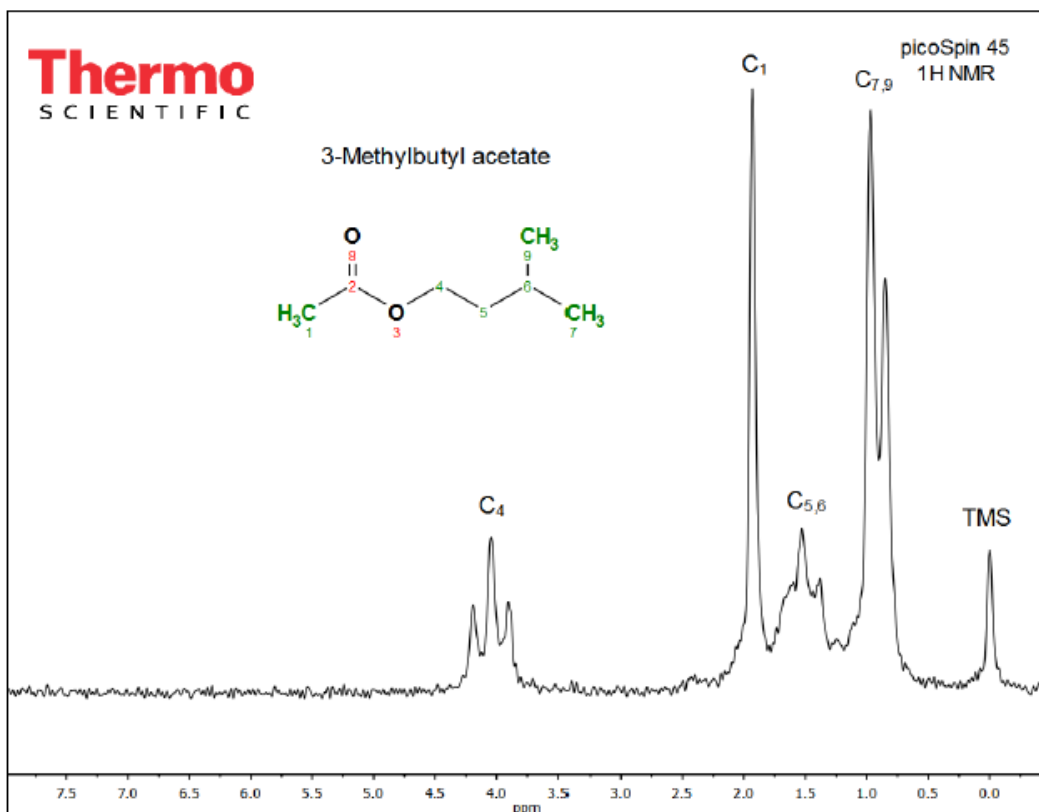
Spectre complet RMN  $^1\text{H}$  (45 MHz) de 3-méthylbutanol (sans solvant)



Tandis que la réaction se poursuit et que l'acétate de 3-méthyl-butyle est produit (Figure 5), deux caractéristiques spectrales distinctes apparaissent dans le spectre RMN. Le signal d'alcool de 3 méthylbutanol disparaît, et le quadruplet de protons  $C_4$  se transforme en un triplet en raison de la perte d'un proton d'alcool adjacent ; il subi également un déplacement vers le bas champ de 0,5 ppm – passant de 3,5 ppm à 4,0 ppm. Le déplacement vers le bas champ des protons  $C_4$  découle de l'augmentation du déblindage de ces protons lorsque le groupe d'alcool adjacent est transformé en un groupe fonctionnel ester plus électro-attractif. En outre, la preuve de la formation d'un produit est évidente en présence d'un groupe singulet apparaissant juste en dessous de 2 ppm ; ce signal appartient au groupe méthyle ester ( $C_1$ ) du groupe carboxyle (consultez la Figure 3 et la Figure 5). Les groupes de signaux restants dus aux protons au sein du groupe isobutyle ( $C_{1-3,5}$  dans le 3-méthylbutanol ;  $C_{5-7,9}$  dans l'acétate de 3-méthylbutyle) restent en grande partie inchangés lors de l'estérification du 3-méthylbutanol.

Figure 5

Spectre complet RMN  $^1\text{H}$  (45 MHz) de 3-méthylbutanol (sans solvant)



## Commentaires

Les spectres RMN  $^1\text{H}$  picoSpin 45 de protons d'acide acétique, de 3-méthylbutanol et d'acétate de 3-méthylbutyle sans solvant sont représentés à la figure 3, 4 et 5. Les déplacements chimiques et les données RMN connexes figurent dans le [Tableau 1 Données spectrales NMR  \$^1\text{H}\$](#) . Les déplacements chimiques sont référencés par rapport au TMS. Les spectres sont acquis à partir d'échantillons sans solvants de réactifs, de produit de synthèse, et d'aliquotes provenant de mélanges réactionnels. Avec le spectromètre RMN picoSpin, il n'est pas nécessaire de diluer les échantillons avant l'injection. Cependant, le 3-méthylbutanol en raison de sa viscosité, provoque un élargissement des signaux encore plus important que l'acétate de 3-méthylbutyle ; la dilution à 50 % dans du  $\text{CDCl}_3$  peut améliorer la résolution du signal. L'utilisation d'un solvant RMN deutéré labile se traduira par un échange de protons dans le groupe hydroxyle ( $-\text{OH}$ ) et la disparition, voire la diminution, du signal dans le spectre. De même, le couplage du proton méthylène ( $\text{C}_4$ ) sera également affecté.

**Tableau 1** Données spectrales NMR  $^1\text{H}$ 

Figure	Composé	Groupe de signaux	Déplacement chimique (ppm)	Nuclides	Multiplicité
3	Acide acétique	TMS	0	12 H	Singulet
		HO-C(=O)CH <sub>3</sub>	2,05	3 H	Singulet
		HO-C(=O)CH <sub>3</sub>	11,51	1 H	Singulet
4	3-Méthylbutanol	TMS	0		Singulet
		-CH-(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	0,90	6 H	Doublet
		-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH-	1,47	2 H	Triplet
		-CH-(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	1,47	1 H	Multiplet
		-CH <sub>2</sub> -CH-(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	3,56	2 H	Quadruplet
		HO-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>	4,99	1 H	Triplet
5	Acétate de 3-méthylbutanol	TMS	0	12 H	Singulet
		-CH-(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	0,91	6 H	Doublet
		-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH-	1,53	2 H	Triplet
		-CH <sub>2</sub> -CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>		1 H	Multiplet
		CH <sub>3</sub> COO-	1,93	3 H	Singulet
		O=CO-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub>	4,05	2 H	Triplet

Les figures 6, 7 et 8 présentent les spectres RMN  $^1\text{H}$  empilés acquis à partir de réactifs sans solvants, de produit isolé, et les spectres acquis à partir du mélange réactionnel lors des différentes étapes de l'expérience. Ces spectres sont instructifs en ce qu'ils démontrent la nécessité de « travailler vigoureusement » le mélange réactionnel avant la distillation et l'isolement du produit. En outre, il est facile de visualiser les changements dans les spectres de RMN  $^1\text{H}$  lorsque les réactifs sont convertis en produits.

La [Figure 6](#) compare les réactifs et les produits, tandis que la [Figure 7](#) montre le mélange réactionnel initial avant l'addition du catalyseur acide ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ). Nous voyons un signal hydroxyle apparaître vers 9,3 ppm, un changement apparent du quadruplet de méthylène en un triplet (vers ~ 3,5 ppm), l'apparition d'un second « singulet » d'ester de méthyle en dessous de 2,0 ppm, et un élargissement de tous les signaux. Le déplacement chimique du groupe-OH reflète l'échange rapide entre le proton de l'acide carboxylique et l'alcool qui se concentrent en un seul signal. La position du groupe est dictée par les fractions molaires relatives de chaque constituant (acide et alcool) ; autrement dit, son déplacement chimique est linéairement dépendant de la fraction molaire des deux protons labiles en vertu du comportement d'échange. Il s'agit là d'un phénomène bien connu qui se produit avec les mélanges d'alcools.

**Figure 6**

Spectres RMN  $^1\text{H}$  (45 MHz) complets, empilés et étiquetés d'acide acétique et de 3-méthylbutanol (réactifs), et d'acétate de 3-méthylbutyle (produit)

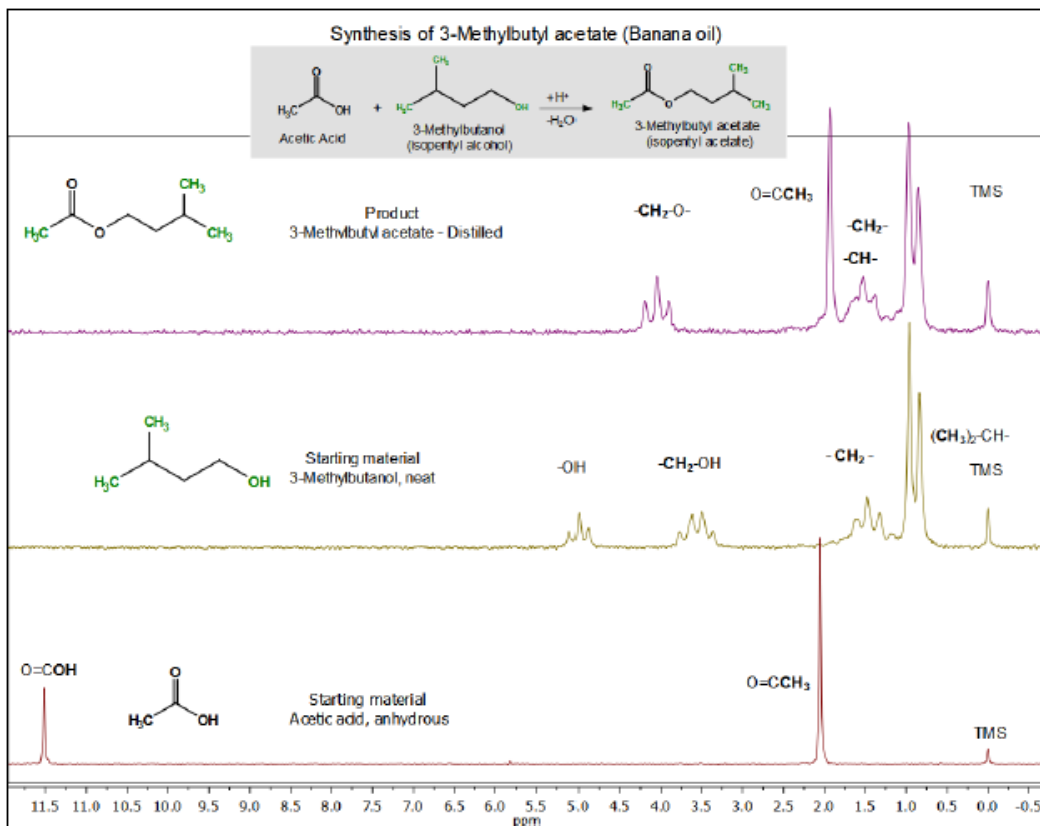
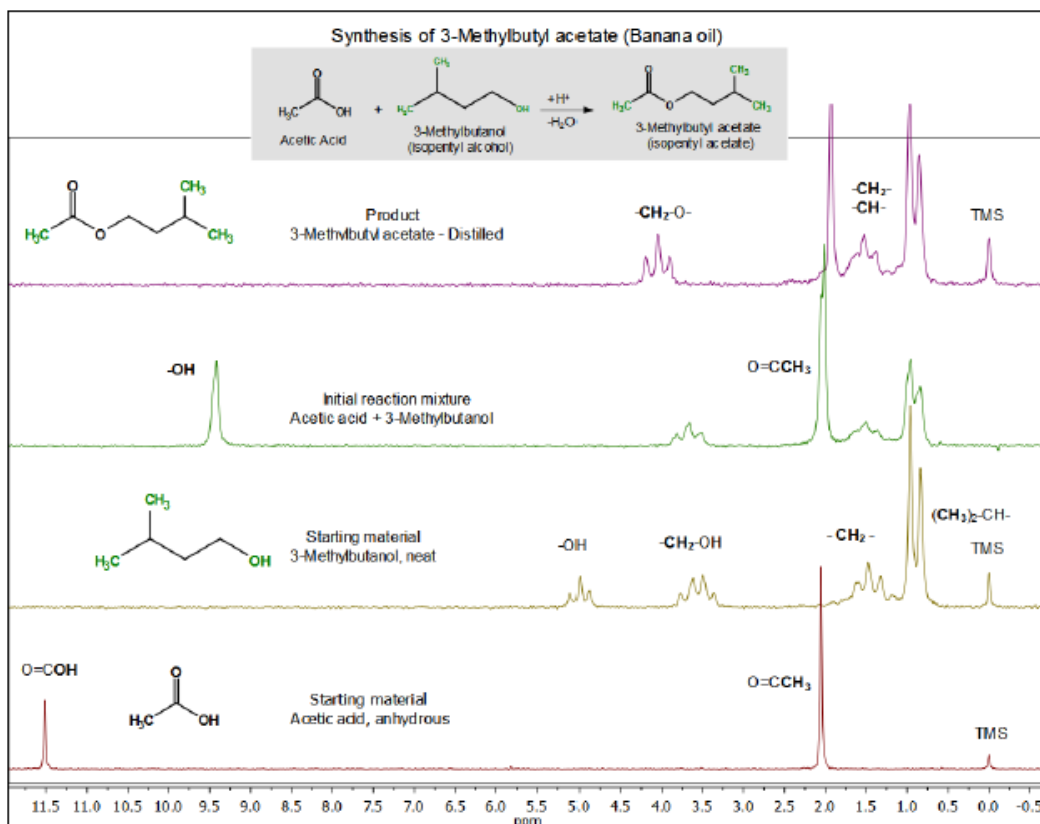


Figure 7

Spectres RMN  $^1\text{H}$  (45 MHz) complets, empilés et étiquetés d'acide acétique et de 3-méthylbutanol (réactifs), d'acétate de 3-méthylbutyle (produit), et de mélange réactionnel initial avant reflux.

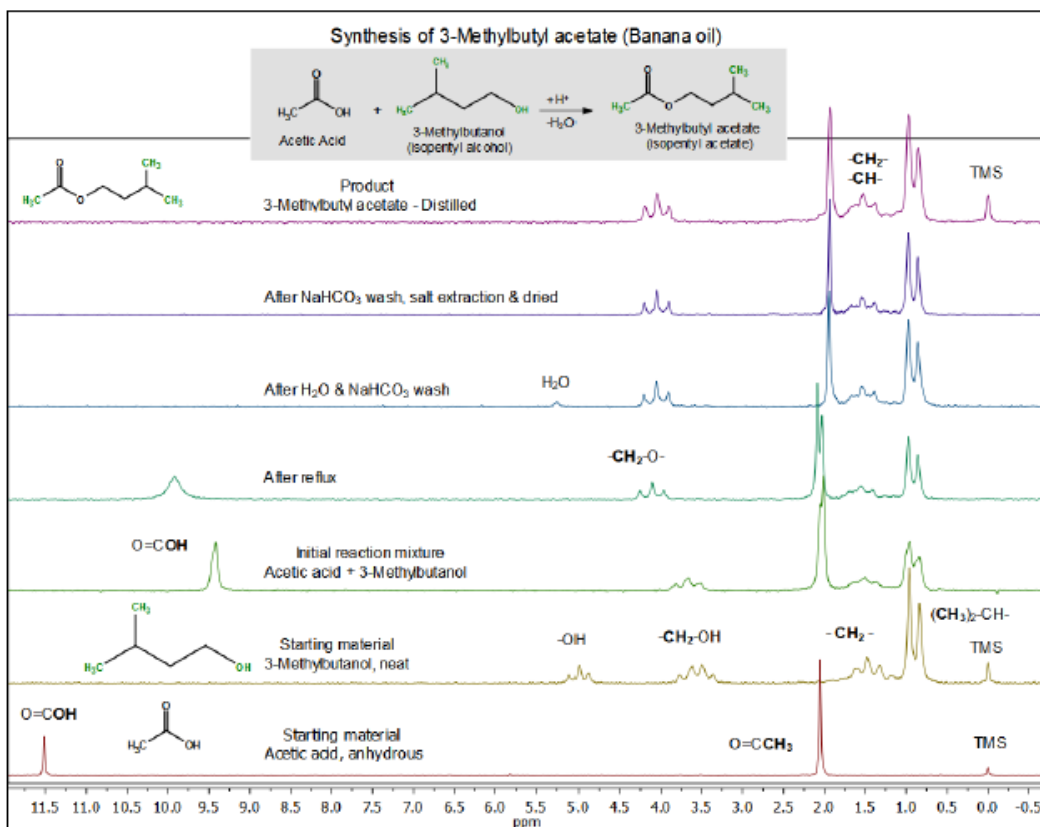


En observant la [Figure 8](#), nous apercevons dans le spectre de l'« après reflux » (4<sup>e</sup> spectre à partir du bas) des résonances de singulet distinctes et résolues dues à chaque type de groupe carboxyle de méthyle – une vers  $\sim 2,05$  ppm provenant de l'acide acétique, et une seconde vers  $\sim 1,93$  ppm provenant du produit de l'ester de méthyle. L'ester de méthylène ( $-\text{CH}_2-\text{O}-$ ) apparaît décalé vers le bas champ à  $\sim 4,0$  ppm et présente clairement une structure en triplet. De plus, en raison de la présence d'un acide minéral ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), le signal des acides hydroxyles/carboxyliques liés apparaissant à  $\sim 9,3$  ppm dans le mélange réactionnel initial est encore plus élargi, et se trouve désormais centré à  $\sim 9,7$  ppm. Le déplacement supplémentaire vers le bas champ découle d'une augmentation des ions  $\text{H}^+$  dans le mélange.



Figure 8

Spectres RMN  $^1\text{H}$  (45 MHz) complets, empilés et étiquetés d'acide acétique et de 3-méthylbutanol (réactifs), d'acétate de 3-méthylbutyle (produit), ainsi que les spectres acquis à différents moments durant l'expérience.



Après lavage à l'eau et neutralisation à l'aide de bicarbonate de sodium ( $\text{NaHCO}_3$ ), le signal des protons des acides hydroxyle/ carboxylique labiles fusionnés (9,7 ppm) et le signal de l'acide carboxylique (2,05 ppm) disparaissent (3<sup>e</sup> spectre à partir du haut). L'ester de méthylène ( $-\text{CH}_2-\text{O}-$ ) montre une meilleure résolution; et un signal dû à l'eau résiduelle est également présent. Un lavage supplémentaire à l'aide de  $\text{NaHCO}_3$ , suivi d'une extraction au sel et d'un séchage au moyen de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (ou de  $\text{MgSO}_4$ ) nettoie le spectre du produit avant distillation (2<sup>e</sup> spectre à partir du haut). Les deux premiers spectres de la Figure 8 établissent que, même avant distillation, le produit de l'acétate 3-méthylbutyle est bien isolé ; les spectres « avant et après » distillation apparaissent presque identiques.

