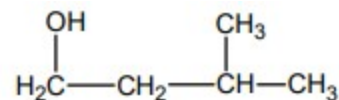


## SYNTHÈSE D'UN ARÔME (10 points) - CORRECTION

### 1.1. Justifier le nom du 3-méthylbutan-1-ol.



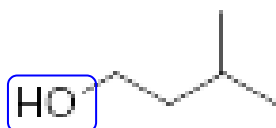
Pour nommer cette molécule, on recherche la chaîne carbonée la plus longue, elle comporte 4 atomes et ne comporte que des simples liaisons, on aura le préfixe « butan ».

Il y a 2 substituants : -OH et -CH<sub>3</sub>, le groupe -OH est prioritaire, il aura le plus petit nombre, il est placé sur le premier atome de carbone on aura donc « butan-1-ol »,

le groupe méthyle -CH<sub>3</sub> est placé sur le 3ème atome de carbone, on a donc « 3-méthylbutan-1-ol ».

### 1.2. Donner la représentation topologique du 3-méthylbutan-1-ol et entourer le groupe caractéristique de la molécule. Nommer la famille fonctionnelle correspondante.

Famille des alcools



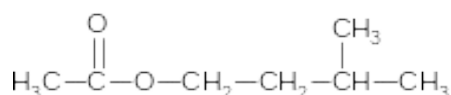
### 1.3. On donne (figure 1) les spectres infrarouges des deux réactifs. Identifier, en justifiant, le spectre correspondant au 3-méthylbutan-1-ol.

Le spectre B montre un pic vers 1700 cm<sup>-1</sup> caractéristique d'une liaison C=O non présente dans la molécule.

Le spectre A montre une large bande vers 3350 cm<sup>-1</sup> caractéristique d'une liaison -OH d'un alcool, bien présente.

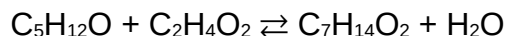
On en conclût que le spectre IR du 3-méthylbutan-1-ol est le spectre A.

### 1.4. Représenter la formule semi-développée de l'éthanoate de 3-méthylbutyle en exploitant les règles de nomenclature fournies.



## 2. Optimisation de la synthèse au laboratoire de l'éthanoate de 3-méthylbutyle

### 2.1. Écrire à l'aide des formules brutes, l'équation de la réaction modélisant la synthèse de l'éthanoate de 3-méthylbutyle, sachant qu'une autre espèce chimique à identifier est aussi produite. Justifier.



En comptant les atomes de chaque élément, on voit qu'il est nécessaire d'ajouter une molécule d'eau coté produit pour respecter la conservation des éléments.

### 2.2. En exploitant les résultats expérimentaux, indiquer les conditions expérimentales permettant d'optimiser la cinétique de cette synthèse.

On souhaite obtenir un temps de demi-réaction le plus faible possible, ainsi les conditions expérimentales de l'expérience 4 sont optimales.

On a chauffé plus fort (60°C au lieu de 30°C), on a ajouté de l'acide sulfurique (catalyseur) et on a introduit le 3-méthylbutan-1-ol en excès.

### 2.3. Détermination expérimentale du rendement de la synthèse de l'expérience 3.

#### 2.3.1. Déterminer les quantités de matière des réactifs dans le mélange initial de l'expérience 3 et donner un qualificatif à ce mélange initial.

3-méthylbutan-1-ol

$$n_1 = \frac{m_1}{M_1} = \frac{\rho_1 \cdot V_1}{M_1}$$

$$n_1 = \frac{0,81 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1} \times 12,0 \text{ mL}}{88,1 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}} = 0,11 \text{ mol}$$

acide éthanoïque

$$n_2 = \frac{m_2}{M_2}$$

$$n_2 = \frac{6,62 \text{ g}}{60,0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}} = 0,11 \text{ mol}$$

Le mélange est équimolaire (autant de quantité de matière des deux réactifs) et ainsi il est stœchiométrique (il respecte les proportions de l'équation de réaction).

#### 2.3.2. La masse d'éthanoate de 3-méthylbutyle obtenue en fin de réaction est de $m_3 = 6,20 \text{ g}$ . Déterminer le rendement de la synthèse dans l'expérience 3. Commenter.

Le rendement est défini par  $\eta = \frac{m_{\text{ester}} \text{ expérimentale}}{m_{\text{ester}} \text{ maximale}}$ .

Si la transformation est totale, alors on obtiendra autant d'ester qu'on a introduit de réactif limitant (ici pas de limitant ou les deux réactifs sont limitants).

$$n_{\text{ester}} \text{ maximale} = n_1$$

$$\frac{m_{\text{ester}} \text{ maximale}}{M_{\text{ester}}} = n_1$$

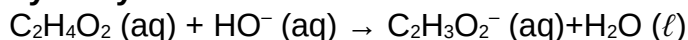
$$m_{\text{ester}} \text{ maximale} = n_1 \cdot M_{\text{ester}}$$

$$\eta = \frac{6,20}{0,11 \times 130,2} = 0,43 = 43 \%$$

Ce rendement est faible.

### 2.4. Détermination expérimentale du rendement de la synthèse de l'expérience 4.

#### 2.4.1. Écrire l'équation de la réaction support du titrage entre l'acide éthanoïque et l'ion hydroxyde.



#### 2.4.2. Déterminer le volume d'hydroxyde de potassium nécessaire pour titrer l'acide éthanoïque.

Le volume  $V_2$  d'hydroxyde de potassium nécessaire pour titrer l'acide éthanoïque est le volume  $V_{\text{total}}$  nécessaire pour doser l'acidité totale moins le volume  $V_1$  nécessaire pour doser l'acidité de l'acide sulfurique seul.

$$V_2 = V_{\text{total}} - V_1$$

Graphiquement on détermine que  $V_1 = 4,0 \text{ mL}$  et  $V_{\text{total}} = 11,0 \text{ mL}$ ,

$$V_2 = 11,0 - 4,0 = 7,0 \text{ mL}.$$

#### 2.4.3. En déduire la quantité de matière d'acide éthanoïque restant à la fin de la synthèse dans l'expérience 4.

$$n_{\text{acide éthanoïque restant}} = C_B \cdot V_2$$

$$n_{\text{acide éthanoïque restant}} = 1,0 \times 7,0 \times 10^{-3} = 7,0 \times 10^{-3} \text{ mol} = 7 \text{ mmol}$$

#### 2.4.4. Déterminer la quantité de matière d'ester formé et calculer le rendement de la synthèse dans l'expérience 4. En déduire un moyen d'optimiser le rendement de cette synthèse.

D'après l'équation de la réaction, il se forme autant d'ester qu'on a consommé de réactif limitant (ici l'acide éthanoïque).

On a alors  $n(\text{ester}) = n(\text{acide initial}) - n(\text{acide final})$

$$n(\text{ester}) = 0,11 - 7,0 \times 10^{-3} = 0,103 \text{ mol}$$

En toute rigueur, il faudrait connaître  $n(\text{acide initial})$  à la millimole près.

$$\eta = \frac{n_{\text{ester}} \text{ expérimentale}}{n_{\text{ester}} \text{ maximale}}$$

$$\eta = \frac{0,103}{0,11} = 0,93 = 93 \% \text{ Comme remarqué précédemment, l'introduction d'un réactif en excès}$$

lors de l'expérience 4 a permis de faire passer le rendement de 43 % à 93 %.

### 3. Amélioration du rendement de la synthèse grâce à l'utilisation d'un tube décanteur de Dean-Stark

À consulter une vidéo sur le Dean Stark : <http://acver.fr/deansta>

#### 3.1. Identifier la nature des phases A et B présentes dans le tube décanteur. Justifier.

On considère que seuls l'eau et le cyclohexane se vaporise dans le mélange réactionnel, donc seuls l'eau et le cyclohexane se condensent au contact du réfrigérant et s'accumulent dans le tube décanteur.

Pour connaître la position respective des deux composés, on compare leur masse volumique, le composé ayant la masse volumique la plus élevée sera le composant de la phase inférieure. L'eau ayant une masse volumique supérieure à celle du cyclohexane ( $\rho_{\text{eau}} = 1,00 \text{ g.mL}^{-1}$  ;  $\rho_{\text{cyclohexane}} = 0,78 \text{ g.mL}^{-1}$ ), la phase inférieure est l'eau et la phase supérieure est le cyclohexane.

#### 3.2. Indiquer l'intérêt de ce dispositif pour optimiser cette synthèse.

L'intérêt de ce dispositif est d'extraire un des produits de la réaction (ici l'eau).

$$\text{Ainsi le quotient de réaction } Q_r = \frac{\frac{[\text{ester}]}{c^0} \cdot \frac{[\text{eau}]}{c^0}}{\frac{[\text{alcool}]}{c^0} \cdot \frac{[\text{acide}]}{c^0}} \text{ sera toujours nul car } [\text{eau}] = 0 \text{ et donc } Q_r \text{ sera}$$

forcément inférieur au quotient de réaction dans l'état final d'équilibre  $Q_r < Q_{r,\text{éq}} = K$ .

La réaction aura lieu dans le sens direct de formation des produits.

Les produits ne peuvent plus réagir entre eux, la réaction ne peut avoir lieu que dans le sens direct.

#### 3.3. Lorsque la transformation est terminée, le volume d'eau recueilli dans le tube décanteur est de $V = 1,8 \text{ mL}$ . En déduire la quantité de matière d'ester formé. Conclure quant à l'efficacité de ce dispositif.

D'après l'équation de la réaction, il se forme autant d'eau que d'ester.

$$n_{\text{eau}} = \frac{m_{\text{eau}}}{M_{\text{eau}}} = \frac{\rho_{\text{eau}} \cdot V}{M_{\text{eau}}}$$

$$n_{\text{eau}} = \frac{1,00 \text{ g.mL}^{-1} \times 1,8 \text{ mL}}{18,0 \text{ g.mol}^{-1}} = 0,10 \text{ mol d'eau.}$$

$$\text{Rendement avec le Dean-Stark : } \eta = \frac{n_{\text{ester}} \text{ expérimentale}}{n_{\text{ester}} \text{ maximale}}$$

$$\eta = \frac{0,10}{0,11} = 0,91 = 91 \% \quad \text{Le rendement est élevé, le dispositif Dean-Stark est très efficace.}$$