

Optimisation d'une étape de synthèse

I. Etude d'une synthèse

1. rendement
2. cas d'étude

Niveau: terminale spécialité
mettre en œuvre un protocole
de synthèse pour

II. Optimisation de la cinétique

1. chauffage
2. utilisation d'un catalyseur

III. Optimisation du rendement

1. Par extraction d'un produit
2. par d'un réactif en excès

Intro:

→ contexte et pré-requis : mécanismes, réactions, équilibres chimiques, titrage

But: comment optimiser une étape de synthèse.

plus de produit pour moins d'argent (= de molécules)
et moins de temps (⇒ *quid de chimie verte*).

I. 1. rendement ?

$$\eta = \frac{\text{quantité de matière obtenue}}{\text{quantité de matière maximale}} = \frac{m_{\text{exp}}}{m_{\text{max}}} = \frac{m_{\text{exp}}}{m_{\text{max}}}$$

↳ réaction totale sans pertes de matière

definition

$$0 < \eta < 1$$

généralement exprimé en %.

I. 2. On s'intéresse à une synthèse particulière
l'arôme de banane. réaction d'estérification.

tableau d'avancement → quantité de matière maximale

* cas d'étude

→ on fait varier 1 paramètre

- ① 0,1 mol d'acide + alcool
 - ② " + chauffage
 - ③ " " + catalyseur
 - ④ " " + solvant
- et extraction des produits
- ⑤ 0,2 mol d'acide + 0,1 alcool + catalyseur + chauffage.

⚠ K est indépendant de T pour l'estérification

$$n_{\text{acide}} = 0,1 \text{ mol} \quad \rightarrow \quad 60 \text{ g/mol}$$

$$m_{\text{acide}} = n_{\text{acide}} \times M_{\text{acide}} = 6,0 \text{ g.}$$

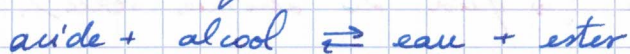
$$m_{\text{alcool}} = n_{\text{alcool}} \times M_{\text{alcool}} = 8,8 \text{ g.}$$

* on montre comment peser proprement
Tare + précision de la balance

→ montage à reflux fait en préparation on le présente sans faire l'expérience.

II. 1. Optimisation de la synthèse.

après reflux on refroidit à l'aide d'un bain d'eau glacée.



$$n_{\text{acide ini}} = n_{\text{acide consommé}} + \underbrace{n_{\text{acide reste}}}_{(\text{CH}_3\text{COOH})}$$

→ on dose cette acide.

dosage:



→ indicateur coloré phénolphthaleine. 8,2 et 9,8 pH.

→ $V_{\text{équivalent}}$

$$n_{\text{soude}} = \underbrace{C_{\text{soude}}}_{6 \text{ mol/L}} \times V_{\text{soude équivalence}} = n_{\text{acide reste}}$$

→ précaution soude à 6 mol/L gants et lunettes.

* bain d'eau froide pour doser la quantité d'ester au bout de 40 min et pas après.

* on dose devant le public au goutte à goutte
→ coloration liée à phénolphthaleine expliquer la zone de virage.

⚠️ diphasique pb lors du dosage + ethanol homogénéise les deux phases. (si ça se décolore)

$$V_{eq} = 10,8 \text{ mL}$$

$$C_{\text{sonde}} V_e = 6 \times 10,8 \cdot 10^{-3} = 64,8 \text{ mmol.}$$

après un temps on peut considérer que l'on est à l'équivalence?.

$$n_{\text{man}} = 0,1 \text{ mol.}$$

$$n_{\text{ester}} = 0,1 - 64,8 \cdot 10^{-3} = 0,0352 \text{ mol.}$$

↳ décoloration à cause de la saponification

$$\eta = \frac{0,0352}{0,1} = 35,2\%$$

$C_{\text{sonde}} = 6 \text{ mol/L}$ pas raisonnable car risque saponification qui est rapide !!

$\eta_1 = 16\%$
 $\eta_2 = 35,2\%$ } On en conclut que chauffer permet d'augmenter le rendement de la synthèse.

prendre moins de quantité de matière

liée avec les échelles microscopique → agitation thermique proba de rencontre des réactifs en un temps donné.

II. 2. Effet du catalyseur

catalyseur: acide sulfurique concentré. (H_2SO_4).

titrage de référence pour le catalyseur: $V_E = 3,2 \text{ mL}$.

$$n_{\text{sonde}} = C_{\text{sonde}} (V_E - V_{E'})$$

$$\eta_2 > \eta_1$$

↓

+ ester

III. 1.



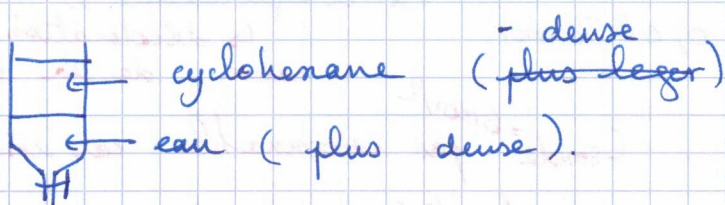
$$Q_r = \frac{[\text{eau}][\text{ester}]}{[\text{alcool}][\text{acide}]} \quad \left| \rightarrow K(T) \equiv$$

* Montage de Dean Stark: entraîne l'eau du milieu réactionnel.

Schéma

mélange eau + cyclohexane (non miscibles).

\rightarrow T ébullition la plus basse.



$$Q_r = \frac{[\text{eau}][\text{ester}]}{[\text{alcool}][\text{acide}]}$$

$[\text{eau}] \downarrow \quad Q_r \downarrow \rightarrow$ favorise la

réaction dans le sens direct jusqu'à épuisement des réactifs.

$$n_{\text{eau}} \rightarrow n_{\text{eau}} = n_{\text{ester exp}}$$

$$m_{\text{eau}} = \rho \times V = 2,6 \text{ g récupérés}$$

$$n_{\text{eau}} = 0,144 \text{ mol.}$$



au maximum on aurait obtenu $n_{\text{eau}} = 0,1 \text{ mol.}$

Dans la phase aqueuse on a un mélange d'eau et d'alcool

$$\rightarrow \boxed{\eta = 100 \%}$$

* Conclusion sur l'optimisation de la synthèse

+ chimie verte. (1998)

- toxicité
- solvant