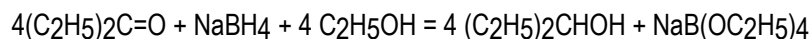


TPO 12 : Synthèse du pentan-3-ol (D'après BTS 2007)

I - MODE OPERATOIRE

Le pentan-3-ol est obtenu par réaction de la pentan-3-one avec le tétrahydruoborate de sodium (NaBH_4) :



1. Synthèse

- Dans un réacteur de 250 mL dissoudre 3,0 g de tétrahydruoborate de sodium dans 60 mL d'éthanol absolu (un léger trouble peut persister).
- Ajouter goutte à goutte la pentan-3-one (16,3 g – 20 mL) (le débit étant réglé de façon à maintenir la température du milieu réactionnel au-dessous de 50 °C). A la fin de l'addition, le milieu réactionnel est agité 30 min à la température ambiante.
- Ajouter alors 100 mL d'eau sous forte agitation jusqu'à dissolution totale du solide.
- Transvaser le mélange réactionnel obtenu dans une ampoule à décanter contenant 25 mL d'éthoxyéthane. Extraire la phase aqueuse avec 50 mL d'éthoxyéthane.
- Laver les phases organiques réunies par des fractions de 25 mL de solution saturée de chlorure de sodium jusqu'à pH neutre.
- Sécher la phase organique sur sulfate de magnésium anhydre puis éliminer l'éthoxyéthane à l'évaporateur rotatif.
- Rectifier le produit brut à pression atmosphérique.
- Recueillir le pentan-3-ol dans un flacon taré. On note m_0 la masse de produit récupéré.

2. Analyses

Analyser le pentan-3-ol purifié :

- par mesure de son indice de réfraction ;
- par tracé du spectre infrarouge ;
- par la méthode de la normalisation interne en chromatographie en phase gazeuse.

II- DONNEES

Toutes les températures de changement d'état sont données sous une pression de 1,013 bar)

Produit	Données physico-chimiques	Sécurité
Pentan-3-ol	M = 88,15 g.mol ⁻¹ d = 0,82; T _{eb} = 116°C n _D ²⁰ = 1,4104 sol. eau (5,5g/100g à 30 °C), alcool, éthoxyéthane, propanone	R: 10-20-37-66 S: 2-46
Pentan-3-one	M = 86,13 g.mol ⁻¹ d = 0,81; T _{eb} = 102°C n _D ²⁰ = 1,3924 sol. eau (1partie /25 parties eau), alcool, éthoxyéthane, propanone	R: 11 S: 2-9-16-33
Tétrahydruoborate de sodium	M = 37,84 g.mol ⁻¹	R : 15-25-34 S : 1/2-7-8-14-26-36/37/39-43-45
Ethanol	T _{eb} = 78 °C Miscible à l'eau en toutes proportions	R: 11 S: 2-7-16
Ethoxyéthane	T _{eb} = 35 °C d = 0,71	R : 12-19-22-66-67 S : 9-16-29-33
Chlorure de sodium	Solubilité dans l'eau : 360 g/L	

pKA (H₃BO₃/B(OH)₄⁻) = 9,3

III- QUESTIONS

Compte –rendu :

- 1/ Calculer le degré d'oxydation du carbone fonctionnel dans le pentan-3-ol et la pentan-3-one. En déduire la nature de la transformation.
- 2/ Pourquoi la solution est-elle très basique à la fin de l'hydrolyse ?
- 3/ Comment se nomme l'opération de traitement de la phase organique par une solution saturée de chlorure de sodium ? Qu'élimine-t-on par ces lavages ? Pourquoi a-t-on utilisé cette solution de préférence à l'eau ?
- 4/ Calculer les quantités de matière des réactifs introduits. Préciser l'espèce limitante ; calculer la masse de pentan-3-ol attendue et en déduire le rendement de la synthèse.
- 5/ Quel est le nom courant de l'éthoxyéthane ? Pourquoi l'éliminer avec l'évaporateur rotatif et non par distillation ?

Analyses

- 6/ Pour la chromatographie en phase gazeuse du pentan-3-ol préparé, indiquer quel type de colonne on peut utiliser sachant que le pentan-3-ol est susceptible d'être souillé par de l'éthoxyéthane, de l'éthanol, de la pentan-3-one. Justifier.
- 7/ Analyser le chromatogramme réalisé en CPG de manière qualitative puis quantitative en utilisant la méthode de la normalisation interne dont les principales formules sont rappelées en annexes. En déduire la pureté du produit préparé ainsi que le rendement corrigé R' de la synthèse.
- 8/ Interpréter le spectre infrarouge du pentan-3-ol préparé. Reste-t-il de la pentan-3-one dans ce produit ? Justifier.
- 9/ Exploiter votre mesure de l'indice de réfraction.
- 10/ Prévoir l'allure du spectre RMN du proton du pentan-3-ol (nature et nombre de pics, déplacements chimiques, courbe d'intégration...).

Méthode de la normalisation interne

Notation utilisée : P : pentan-3-one , X : toutes les espèces chimiques (pentan-3-ol, pentan-3-one, éthanol, éther diéthylique...)

Coefficient de réponse massique relatif de l'espèce X par rapport à l'espèce P

$$K_{X/P} = \frac{\%m_X^{ref} \cdot \%A_P^{ref}}{\%m_P^{ref} \cdot \%A_X^{ref}}$$

Calcul des pourcentages massiques dans le chromatogramme de dosage

$$\%m_Y = \frac{K_{Y/P} \cdot \%A_Y}{\sum_{X=\text{tous les composés}} K_{X/P} \cdot \%A_X}$$

FEUILLE DE RESULTATS

NOM :

Masse de produit purifié $m_0 =$ Rendement de la synthèse $R =$ Pureté CPG $P =$ Rendement corrigé $R' =$ Indice de réfraction $n_D^{20} =$

Aspect

Analyse des chromatogrammes :

CPG	Chromatogramme de référence			$K_{I/P}$	Chromatogramme dosage		
	tr / min	$\%A_i^{ref}$	$\%m_i^{ref}$		tr / min	$\%A_i^{dos}$	$\%m_i$
Ethanol							
Pentan-3-ol							
Pentan-3-one							
Ethoxyéthane							