

Synthèse d'un arôme

L'éthanoate de 3-méthylbutyle est une espèce chimique odorante présente notamment dans les pommes mûres. Son odeur agréable et sa faible toxicité permettent de l'utiliser comme arôme dans les bonbons. Cette espèce chimique appartient à la famille fonctionnelle des esters.

Cet exercice a pour objectif d'étudier dans un premier temps les espèces chimiques intervenant dans la synthèse de l'éthanoate de 3-méthylbutyle, puis d'étudier les conditions d'optimisation de cette synthèse.

Données

données physico-chimiques de quelques espèces chimiques

nom de l'espèce chimique	3-méthylbutan-1-ol	acide éthanoïque	éthanoate de 3-méthylbutyle	eau	cyclohexane
formule brute	C ₅ H ₁₂ O	C ₂ H ₄ O ₂	C ₇ H ₁₄ O ₂	H ₂ O	C ₆ H ₁₄
masse volumique (g.mL ⁻¹) à 25°C	0,81	1,05	0,87	1,00	0,78
masse molaire (g.mol ⁻¹)	88,1	60,0	130,2	18,0	84,2
Solubilité dans l'eau à 25°C	peu soluble	très soluble	très peu soluble		très peu soluble

tableau de quelques bandes d'absorption infrarouge

liaison	C = C	C = O	C - H	O - H acide carboxylique	O - H alcool
nombre d'onde (cm ⁻¹)	1 550 à 1 650	1 650 à 1 800	2 800 à 3 100	2 500 à 3 200	3 200 à 3 500

règles de nomenclature :

- squelettes carbonés

pour les hydrocarbures ramifiés, la position de la ramification sur la chaîne principale est indiquée par un chiffre et le groupe est indiquée par le préfixe. Des exemples de groupes sont donnés ci-dessous

méthyl - CH ₃	éthyl - CH ₂ - CH ₃	propyl - CH ₂ - CH ₂ - CH ₃	butyl - CH ₂ - CH ₂ - CH ₂ - CH ₃
-----------------------------	--	---	--

- famille fonctionnelle des esters

famille	nom	suffixe	exemples	de molécules
ester $\text{R}_1 - \text{C} \begin{array}{l} \text{// O} \\ \backslash \text{O} - \text{R}_2 \end{array}$	alcanoate d'alkyle	« oate »	éthanoate de méthyle $\text{CH}_3 - \text{C} \begin{array}{l} \text{// O} \\ \backslash \text{O} - \text{CH}_3 \end{array}$	propanoate de 2-méthylpentyle $\begin{array}{c} \text{CH}_3 - \text{CH}_2 - \text{C} \begin{array}{l} \text{// O} \\ \backslash \text{O} - \text{CH}_2 \\ \\ \text{CH}_3 - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{CH} - \text{CH}_3 \end{array} \end{array}$

1 Des réactifs aux produits de la synthèse

Pour réaliser la synthèse de l'éthanoate de 3-méthylbutyle au laboratoire, on utilise les deux réactifs suivants : l'acide éthanoïque et le 3-méthylbutan-1-ol.

La représentation semi-développée du 3-méthylbutan-1-ol est :

$$\begin{array}{c} \text{OH} \qquad \qquad \text{CH}_3 \\ | \qquad \qquad \qquad | \\ \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{CH} - \text{CH}_3 \end{array}$$

1.1 Justifier le nom du 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.

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

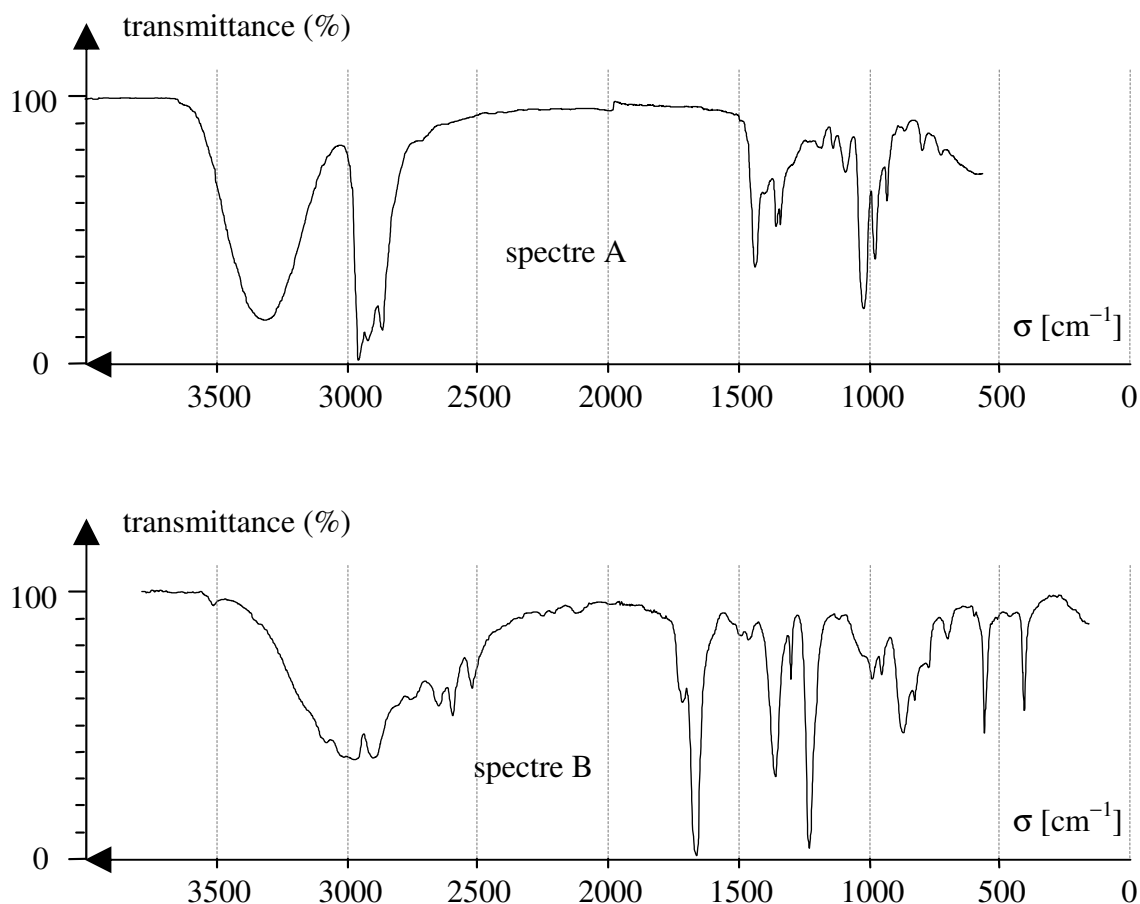


figure 1
spectres
infrarouges
des deux
réactifs de la
synthèse

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

La synthèse de l'éthanoate de 3-méthylbutyle est une transformation lente et non totale.

Protocole de la synthèse :

- verser dans un ballon un volume V_1 de 3-méthylbutan-1-ol, une masse m_2 d'acide éthanoïque et un volume V_3 d'acide sulfurique concentré.
- comme indiqué sur la figure 2, le ballon, surmonté d'un réfrigérant à air, est placé dans un bain-marie maintenant la température constante.

Pour montrer l'influence de certaines conditions expérimentales sur cette synthèse, quatre expériences sont réalisées. Le tableau ci-après présente les résultats expérimentaux pour quatre conditions différentes.

	expérience 1	expérience 2	expérience 3	expérience 4
température (°C)	30	30	60	60
volume initial V_1 de 3-méthylbutan-1-ol (mL)	12,0	12,0	12,0	36,0
masse initiale m_2 d'acide éthanoïque (g)	6,62	6,62	6,62	6,62
volume V_3 d'acide sulfurique (mL)	0	0,5	0,5	0,5
ordre de grandeur du temps de demi-réaction	plusieurs mois	plusieurs heures	une dizaine de minutes	< à une dizaine de min.

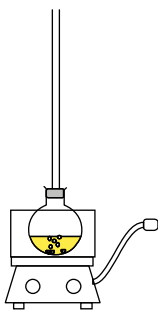


figure 2
schéma du montage
expérimental

- 2.1 Ecrire 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.
- 2.2 En exploitant les résultats expérimentaux, indiquer les conditions expérimentales permettant d'optimiser la cinétique de cette synthèse.
- 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.
 - 2.3.2 La masse d'éthanoate de 3-méthylbutyle obtenue en fin de réaction est de $m_3 = 6,20$ g. Déterminer le rendement de la synthèse dans l'expérience 3. Commenter.
- 2.4 Détermination expérimentale du rendement de la synthèse de l'expérience 4.

A la fin de la synthèse, on sépare la phase aqueuse de la phase organique formée dans le ballon. Cette phase aqueuse contient l'acide éthanóique qui n'a pas réagi et l'acide sulfurique. Ces deux acides sont responsables de l'acidité totale de la solution.

On réalise un titrage acido-basique de cette phase aqueuse, avec comme solution titrante une solution aqueuse d'hydroxyde de potassium ($K^+(aq)$; $HO^-(aq)$) de concentration $C_B = 1,0 \text{ mol.L}^{-1}$. Ce titrage est suivi par pH-métrie et les courbes $\text{pH} = f(V_B)$ et $\frac{dpH}{dV} = f(V_B)$ sont représentées à la figure 3.

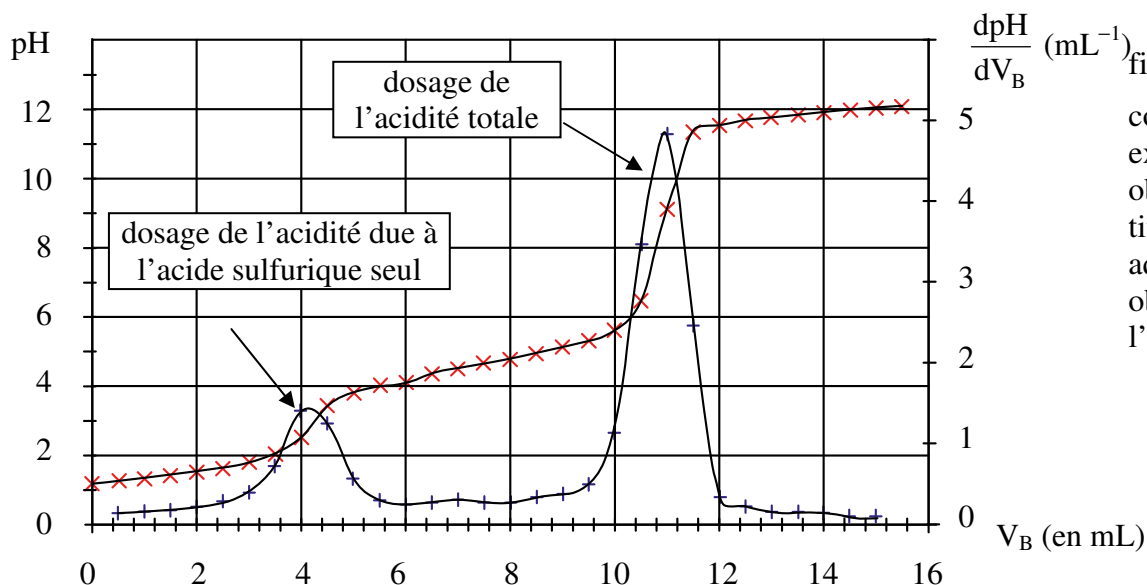


figure 3
courbes
expérimentales
obtenues lors du
titrage de la phase
aqueuse
obtenue à l'issue de
l'expérience 4

- 2.4.1 Ecrire l'équation de la réaction support du titrage entre l'acide éthanóique et l'ion hydroxyde.
- 2.4.2 Déterminer le volume d'hydroxyde de potassium nécessaire pour titrer l'acide éthanóique.
- 2.4.3 En déduire la quantité de matière d'acide éthanóique restant à la fin de la synthèse dans l'expérience 4.

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.

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

On réalise de nouveau l'expérience 3 mais en utilisant un dispositif de Dean-Stark (voir figure 4), qui permet de séparer en continu l'eau formée du reste du milieu réactionnel.

Le tube décanteur de ce dispositif est initialement vide. Un volume de 30 mL de cyclohexane est ajouté initialement dans le milieu réactionnel, puis on chauffe à reflux le mélange réactionnel.

On suppose que seuls l'eau et le cyclohexane se vaporisent alors que les réactifs et l'éthanoate de 3-méthylbutyle restent dans le ballon. Le cyclohexane et l'eau se liquéfient dans le réfrigérant à eau et tombent dans le tube décanteur du Dean-Stark. Lorsque le tube décanteur est plein, l'excès de phase A s'écoule dans le mélange réactionnel.

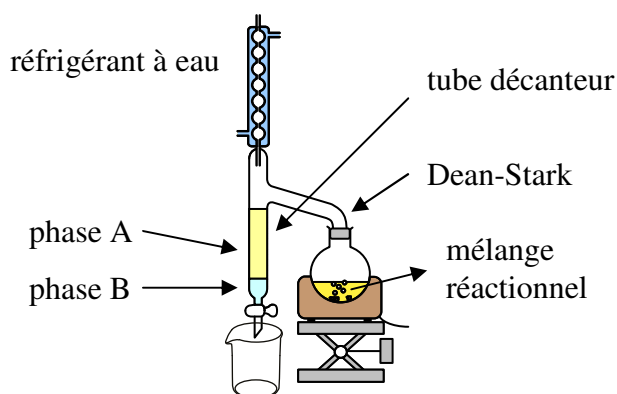


figure 4
schéma du montage
avec dispositif Dean-
Stark

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

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

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.

Corrigé

Synthèse d'un arôme

L'éthanoate de 3-méthylbutyle est une espèce chimique odorante présente notamment dans les pommes mûres. Son odeur agréable et sa faible toxicité permettent de l'utiliser comme arôme dans les bonbons. Cette espèce chimique appartient à la famille fonctionnelle des esters.

Cet exercice a pour objectif d'étudier dans un premier temps les espèces chimiques intervenant dans la synthèse de l'éthanoate de 3-méthylbutyle, puis d'étudier les conditions d'optimisation de cette synthèse.

Données

données physico-chimiques de quelques espèces chimiques

nom de l'espèce chimique	3-méthylbutan-1-ol	acide éthanoïque	éthanoate de 3-méthylbutyle	eau	cyclohexane
formule brute	C ₅ H ₁₂ O	C ₂ H ₄ O ₂	C ₇ H ₁₄ O ₂	H ₂ O	C ₆ H ₁₄
masse volumique (g.mL ⁻¹) à 25°C	0,81	1,05	0,87	1,00	0,78
masse molaire (g.mol ⁻¹)	88,1	60,0	130,2	18,0	84,2
Solubilité dans l'eau à 25°C	peu soluble	très soluble	très peu soluble		très peu soluble

tableau de quelques bandes d'absorption infrarouge

liaison	C = C	C = O	C - H	O - H acide carboxylique	O - H alcool
nombre d'onde (cm ⁻¹)	1 550 à 1 650	1 650 à 1 800	2 800 à 3 100	2 500 à 3 200	3 200 à 3 500

règles de nomenclature :

- squelettes carbonés

pour les hydrocarbures ramifiés, la position de la ramification sur la chaîne principale est indiquée par un chiffre et le groupe est indiquée par le préfixe. Des exemples de groupes sont donnés ci-dessous

méthyl - CH ₃	éthyl - CH ₂ - CH ₃	propyl - CH ₂ - CH ₂ - CH ₃	butyl - CH ₂ - CH ₂ - CH ₂ - CH ₃
-----------------------------	--	---	--

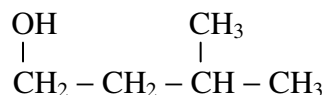
- famille fonctionnelle des esters

famille	nom	suffixe	exemples	de molécules
ester R ₁ - C $\begin{matrix} // O \\ \backslash O - R_2 \end{matrix}$	alcanoate d'alkyle	« oate »	éthanoate de méthyle CH ₃ - C $\begin{matrix} // O \\ \backslash O - CH_3 \end{matrix}$	propanoate de 2-méthylpentyle CH ₃ - CH ₂ - C $\begin{matrix} // O \\ \backslash O - CH_2 \\ \\ CH_3 - CH_2 - CH_2 - CH - CH_3 \end{matrix}$

1 Des réactifs aux produits de la synthèse

Pour réaliser la synthèse de l'éthanoate de 3-méthylbutyle au laboratoire, on utilise les deux réactifs suivants : l'acide éthanoïque et le 3-méthylbutan-1-ol.

La représentation semi-développée du 3-méthylbutan-1-ol est :



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

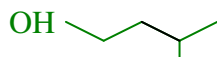
pour nommer cette molécule, on recherche la chaîne carbonée la plus longue, elle comporte 4 atomes (préfixe « but ») et ne comporte que des simples liaisons (alcane « butan »)

Il y a 2 groupes substituants : – OH et – CH₃ :

le groupe substituant hydroxyle – OH est un groupe caractéristique et il est placé sur le 1er atome de carbone : « butan-1-ol »

le groupe substituant méthyle – CH₃ n'est pas un groupe caractéristique et il est placé sur le 3ème atome de carbone : « 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.



le groupe caractéristique hydroxyle – OH confère à la molécule les propriétés de la 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.

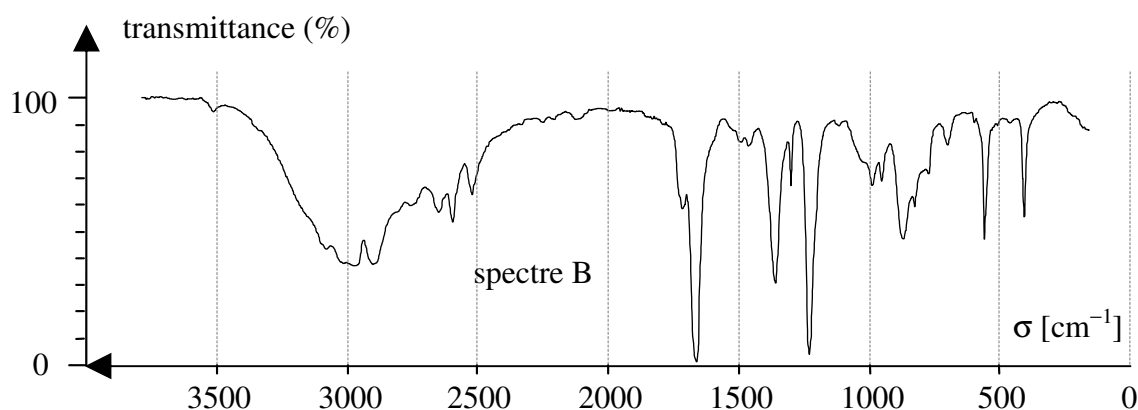
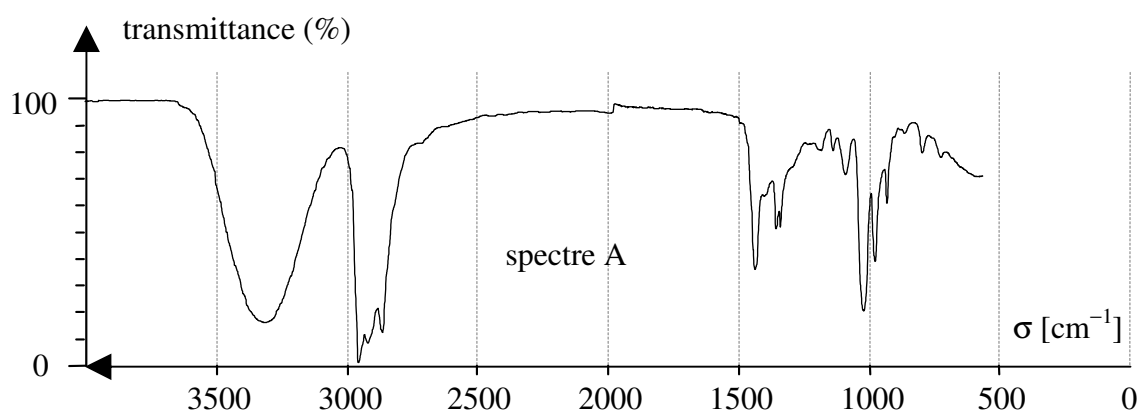


figure 1
spectres
infrarouges
des deux
réactifs de la
synthèse

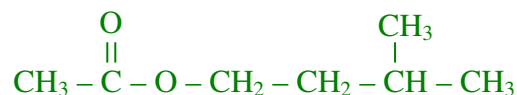
le spectre B montre un pic vers 1700 cm⁻¹ caractéristique d'une liaison C = O absente dans la molécule de 3-méthylbutan-1-ol

Le spectre A montre une large bande vers 3350 cm⁻¹ caractéristique de la liaison – OH d'un alcool qui est présente dans la molécule de 3-méthylbutan-1-ol

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

La synthèse de l'éthanoate de 3-méthylbutyle est une transformation lente et non totale.

Protocole de la synthèse :

- verser dans un ballon un volume V_1 de 3-méthylbutan-1-ol, une masse m_2 d'acide éthanoïque et un volume V_3 d'acide sulfurique concentré.
- comme indiqué sur la figure 2, le ballon, surmonté d'un réfrigérant à air, est placé dans un bain-marie maintenant la température constante.

Pour montrer l'influence de certaines conditions expérimentales sur cette synthèse, quatre expériences sont réalisées. Le tableau ci-après présente les résultats expérimentaux pour quatre conditions différentes.

	expérience 1	expérience 2	expérience 3	expérience 4
température (°C)	30	30	60	60
volume initial V_1 de 3-méthylbutan-1-ol (mL)	12,0	12,0	12,0	36,0
masse initiale m_2 d'acide éthanoïque (g)	6,62	6,62	6,62	6,62
volume V_3 d'acide sulfurique (mL)	0	0,5	0,5	0,5
ordre de grandeur du temps de demi-réaction	plusieurs mois	plusieurs heures	une dizaine de minutes	< à une dizaine de min.

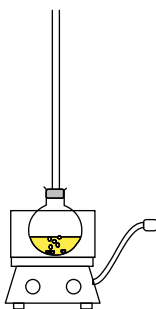


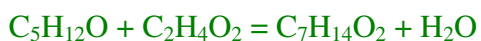
figure 2
schéma du montage
expérimental

- 2.1 Ecrire 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.



un dénombrement montre qu'il y a deux éléments H et un élément O en plus dans les réactifs par rapport aux produits

une équation de réaction respecte la conservation des éléments chimiques donc l'espèce chimique à identifier est formée de deux éléments H et un élément O



- 2.2 En exploitant les résultats expérimentaux, indiquer les conditions expérimentales permettant

d'optimiser la cinétique de cette synthèse.

l'expérience 4 mène au temps de demi-réaction le plus petit c'est à dire à la vitesse de formation des produits la plus grande :

- la température est la plus élevée (60°C ; facteur cinétique)
- il y a présence d'acide sulfurique (facteur cinétique catalyseur)

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.

$$n_i(3\text{-méthylbutan-1-ol}) = \frac{m_1}{M_1} = \frac{\rho * V_1}{M_1} = \frac{0,81 * 12,0}{88,1} = 0,110 \text{ mol.}$$

$$n_i(\text{acide éthanoïque}) = \frac{m_2}{M_2} = \frac{6,62}{60,0} = 0,110 \text{ mol.}$$

on a la relation : $\frac{n_i(3\text{-méthylbutan-1-ol})}{1} = \frac{n_i(\text{acide éthanoïque})}{1}$, on est donc dans les conditions stœchiométriques

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

calcul de m_{\max} (éthanoate de 3-méthylbutyle) que l'on notera n_{\max} (ester)

$$x_{\max} = \frac{n_i(3\text{-méthylbutan-1-ol})}{1} = \frac{n_i(\text{acide éthanoïque})}{1} = 0,110 \text{ mol.}$$

l'équation de réaction : $C_5H_{12}O + C_2H_4O_2 = C_7H_{14}O_2 + H_2O$ montre que :

$$n_{\max}(\text{ester}) = x_{\max} = 0,11 \text{ mol.}$$

$$m_{\max}(\text{ester}) = n_{\max}(\text{ester}) * M(\text{ester}) = 0,110 * 130,2 = 14,3 \text{ g}$$

le rendement de la synthèse est défini par $\eta = \frac{m_f(\text{éthanoate de 3-méthylbutyle})}{m_{\max}(\text{éthanoate de 3-méthylbutyle})}$

$$\eta = \frac{6,20}{14,3} = 0,43 (= 43\%)$$

le rendement < 100% peut s'expliquer par :

- la transformation n'est pas totale
- il y a toujours des pertes durant les manipulations (dépôts sur les verreries, ...)

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

A la fin de la synthèse, on sépare la phase aqueuse de la phase organique formée dans le ballon. Cette phase aqueuse contient l'acide éthanoïque qui n'a pas réagi et l'acide sulfurique. Ces deux acides sont responsables de l'acidité totale de la solution.

On réalise un titrage acido-basique de cette phase aqueuse, avec comme solution titrante une solution aqueuse d'hydroxyde de potassium ($K^+(aq)$; $HO^-(aq)$) de concentration $C_B = 1,0 \text{ mol.L}^{-1}$. Ce titrage est suivi par pH-métrie et les courbes $pH = f(V_B)$ et $\frac{dpH}{dV} = f(V_B)$ sont représentées à la figure 3.

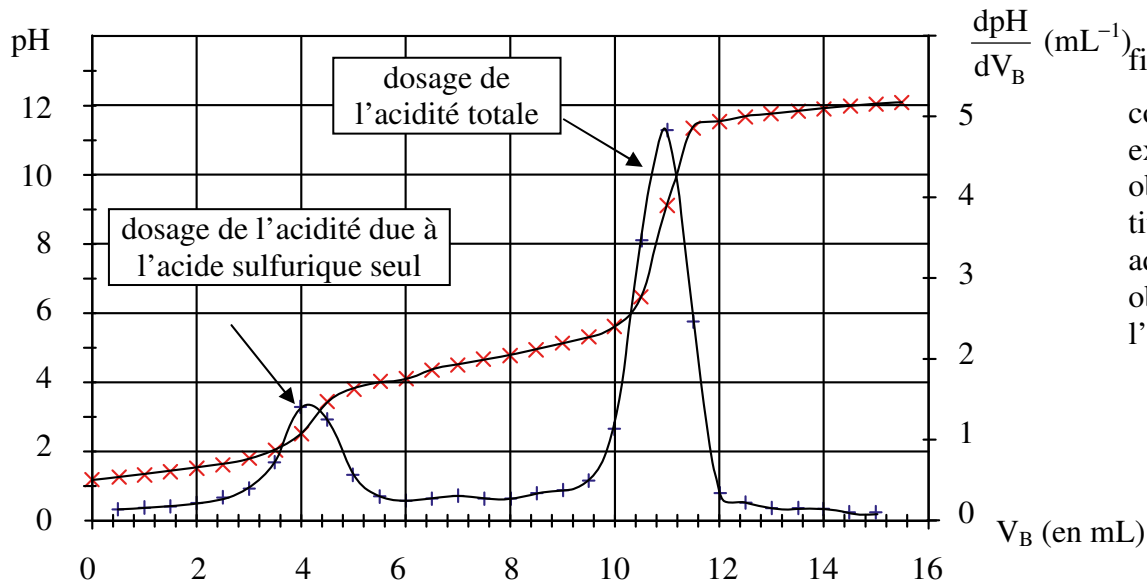


figure 3
courbes
expérimentales
obtenues lors du
titrage de la phase
aqueuse
obtenue à l'issue de
l'expérience 4

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

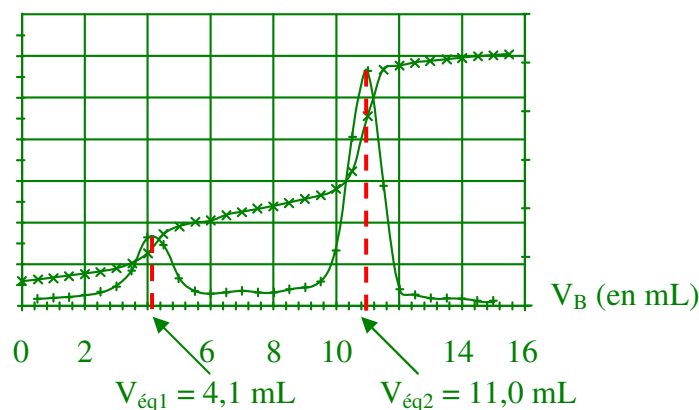
équation de réaction acide-base entre l'acide éthanoïque et la base OH^-
 $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2 (\text{aq}) + \text{HO}^- (\text{aq}) \rightarrow \text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2^- (\text{aq}) + \text{H}_2\text{O} (\text{liq})$

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

le système contient 2 acide : l'acide éthanoïque (monoacide) et l'acide sulfurique (diacide)

détermination graphique du volume $V_{\text{éq1}}$ d'hydroxyde de potassium nécessaire pour titrer l'acide sulfurique seul et

détermination graphique volume $V_{\text{éq2}}$ d'hydroxyde de potassium nécessaire pour titrer les deux acides :



volume d'hydroxyde de potassium nécessaire pour titrer l'acide éthanoïque

$$V_{\text{aé}} = V_{\text{éq2}} - V_{\text{éq1}} = 11,0 - 4,1 = 6,9 \text{ mL}$$

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

compte-tenu de l'équation de réaction acide-base entre l'acide éthanoïque et la base OH^-
 $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2 (\text{aq}) + \text{HO}^- (\text{aq}) \rightarrow \text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2^- (\text{aq}) + \text{H}_2\text{O} (\text{liq})$

à l'équivalence :
$$\frac{n_i (\text{acide éthanoïque})}{1} = \frac{C_B * V_{\text{aé}}}{1}$$

$$n_i (\text{acide éthanóïque}) = C_B * V_{\text{aé}} = 1,0 * 6,9.10^{-3} = 6,9.10^{-3} \text{ mol.}$$

- 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.



montre qu'il se forme autant d'ester qu'on a consommé de réactif limitant (ici l'acide éthanóïque)

$$n_f (\text{ester}) = -\Delta n (\text{acide éthanóïque})$$

$$n_f (\text{ester}) = - (6,9.10^{-3} - 0,110) = 0,103 \text{ mol.}$$

$$m_f (\text{ester}) = n_f (\text{ester}) * M (\text{ester}) = 0,103 * 130,2 = 13,4 \text{ g}$$

$$\eta = \frac{m_f (\text{ester})}{m_{\text{max}} (\text{ester})} = \frac{13,4}{14,3} = 0,94 (= 94\%)$$

l'introduction d'un réactif en excès lors de l'expérience 4 (l'ester 3-méthylbutan-1-ol) a permis de faire passer le rendement de 43% à 94%

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

On réalise de nouveau l'expérience 3 mais en utilisant un dispositif de Dean-Stark (voir figure 4), qui permet de séparer en continu l'eau formée du reste du milieu réactionnel.

Le tube décanteur de ce dispositif est initialement vide. Un volume de 30 mL de cyclohexane est ajouté initialement dans le milieu réactionnel, puis on chauffe à reflux le mélange réactionnel.

On suppose que seuls l'eau et le cyclohexane se vaporisent alors que les réactifs et l'éthanoate de 3-méthylbutyle restent dans le ballon. Le cyclohexane et l'eau se liquéfient dans le réfrigérant à eau et tombent dans le tube décanteur du Dean-Stark. Lorsque le tube décanteur est plein, l'excès de phase A s'écoule dans le mélange réactionnel.

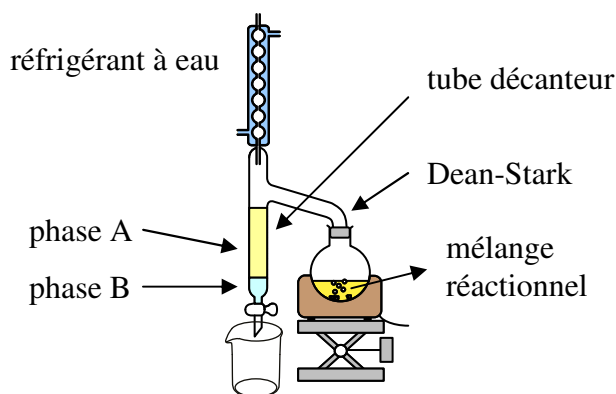


figure 4
schéma du montage
avec dispositif Dean-
Stark

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

dans l'énoncé, on fait l'hypothèse que seuls l'eau et le cyclohexane se vaporisent dans le système donc seuls l'eau et le cyclohexane se liquéfient dans le réfrigérant et s'accumulent dans le tube décanteur (et ces deux liquides ne sont pas miscibles : ils forment deux phases)

$$\rho (\text{eau}) = 1,00 \text{ g.mL}^{-1} \quad \text{et} \quad \rho (\text{cyclohexane}) = 0,78 \text{ g.mL}^{-1}$$

la phase supérieure est constituée de l'espèce chimique la moins dense : le cyclohexane (la phase inférieure est l'eau)

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

l'intérêt du Dean-Stark est d'éliminer l'eau (un produit) du système ce qui va déplacer l'équilibre dans le sens direct et donc favoriser la formation des produits (et l'élimination des réactifs) le rendement de la transformation sera meilleur

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

l'équation de réaction : $C_5H_{12}O + C_2H_4O_2 = C_7H_{14}O_2 + H_2O$
montre qu'il se forme autant d'eau que d'ester

$$n_f(\text{ester}) = n_f(\text{eau}) = \frac{\rho(\text{eau}) * V_{\text{eau}}}{M(\text{eau})} = \frac{1,00 * 1,8}{18,0} = 0,10 \text{ mol.}$$

$$m_f(\text{ester}) = n_f(\text{ester}) * M(\text{ester}) = 0,10 * 130,2 = 13,0 \text{ g}$$

$$\eta = \frac{m_f(\text{ester})}{m_{\text{max}}(\text{ester})} = \frac{13,0}{14,3} = 0,91 (= 91\%)$$

avec le Dean-stark le rendement est 91% est comparable au rendement obtenu avec l'introduction d'un réactif en excès (expérience 4)