



## Déshydratation de la 4-hydroxy-4-méthylpentan-2-one

*Distillation fractionnée - Décantation - Séchage d'un liquide  
Température d'ébullition - Indice de réfraction*

 **La blouse et les lunettes de protection seront portées pendant toute la durée de la séance.**

### 1. Déshydratation de la 4-hydroxy-4-méthylpentan-2-one

#### 1.1. Principe

Sous l'effet d'un chauffage fort, la 4-hydroxy-4-méthylpentan-2-one subit une déshydratation pour fournir la 4-méthylpent-3-èn-2-one obtenue, appelée également oxyde de mésityle,

La transformation est réalisée dans un montage de distillation fractionnée. Les composés organiques du milieu sont non miscibles avec l'eau formée.

**Quelle allure peut-on prévoir pour le diagramme des phases liquide-vapeur du mélange binaire formé par l'eau et les composés organiques ?**

On donne les températures d'ébullition, à pression atmosphérique, des réactifs et produits qui interviennent ici :

- > 4-hydroxy-4-méthylpentan-2-one : 164 °C
- > 4-méthylpent-3-èn-2-one : 130 °C
- > Eau : 100 °C

**Que contient la vapeur produite par ébullition du mélange réactionnel en cours de réaction ?**

#### 1.2. Manipulation

- Réaliser un montage de distillation avec un ballon de 100 mL, calorifuger la colonne.
- Introduire, à l'aide d'une éprouvette graduée, 65 mL de 4-hydroxy-4-méthylpentan-2-one (ou diacétone-alcool), puis un cristal de diiode et quelques grains de pierre ponce.
- Calorifuger le dessus du ballon et la tête de distillation avec du coton de verre.
- Chauffer le ballon de façon à obtenir l'ébullition du contenu du ballon, puis régler le chauffage pour avoir un débit de distillation d'une ou deux gouttes par seconde.
- Séparer le distillat au fur et à mesure de son obtention, en trois fractions (trois récipients différents) :
  - o Fraction 1 (bêcher de 50 mL) : liquides ayant une température d'ébullition  $\theta < 80$  °C ;
  - o Fraction 2 (erlenmeyer rôdé de 150 mL) : liquide correspondant tel que  $80$  °C  $< \theta < 126$  °C : la température monte doucement et se stabilise. Noter cette température et l'aspect du distillat ;
  - o Fraction 3 (erlenmeyer rôdé et pesé de 150 mL) : liquide tel que  $126$  °C  $< \theta < 131$  °C.
- Conserver la fraction 3.

**Que contient la fraction 3 ?**

□ Démarche d'investigation :

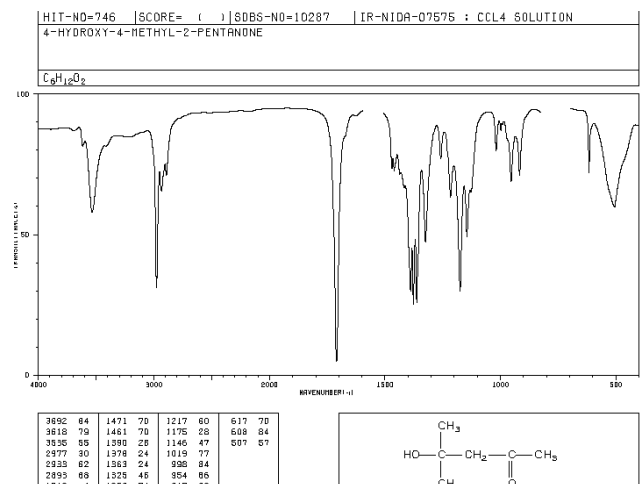
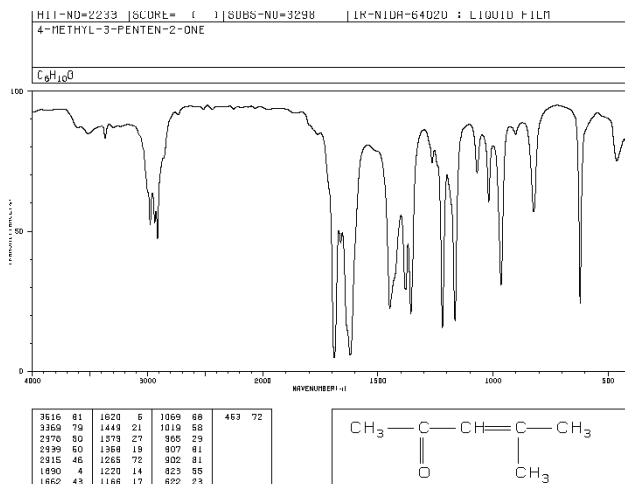
Proposer et mettre en œuvre un protocole pour isoler l'oxyde de mésityle pur au sein de la fraction 2.

### 1.3. Contrôle de la pureté

- ✓ Indice de réfraction.
- ✓ Chromatographie sur couche mince :
  - *Plaque* : Gel de silice,
  - *Solvant* : Ether diéthylique (pour l'oxyde de mésityle, préparer une solution à 0,5 % en masse : un seul dépôt car le produit « s'étale »),
  - *Eluant* : cyclohexane/acétate d'éthyle (1/1),
  - *Révélation* : Pulvérisation d'une solution de 2,4-dinitrophénylhydrazine sur la plaque.

## 2. Compte-rendu

- Rendre compte par écrit de votre *démarche* expérimentale.
- Justifier l'obtention du produit désiré.
- Calculer son rendement.
- Commenter les différences dans les spectres IR du réactif et du produit :



## 3. Base de données sur les techniques

Sur le site internet, en plus du polycopié sur les techniques, les vidéos suivantes :

- Décantation
- Séchage d'un liquide organique
- CCM
- Distillation fractionnée
- Prise d'un indice de réfraction

## 4. A la fin de la séance

- Evacuation des liquides organiques dans la poubelle à solvants organiques non halogénés.
- La pailasse doit être lavée et remise dans l'état dans lequel elle a été trouvée en arrivant.
- Se laver les mains.

	Compétences	Elève	Professeur : A (très bien) à D (non acquis) + Commentaires / Remarques	
<b>S'approprier</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Rechercher, extraire, organiser l'information en lien avec la situation</li> <li>Enoncer une problématique</li> <li>Définir les objectifs</li> </ul>			
<b>Analyser</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Formuler une hypothèse</li> <li>Proposer une stratégie pour répondre à une problématique</li> <li>Proposer une modélisation</li> <li>Choisir, concevoir ou justifier un protocole/dispositif expérimental</li> <li>Evaluer l'ordre de grandeur d'un phénomène et ses variations</li> </ul>			
<b>Réaliser</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Evoluer avec aisance dans l'environnement du laboratoire</li> <li>Suivre un protocole</li> <li>Respecter les règles de sécurité</li> <li>Utiliser le matériel ou l'outil informatique de manière adaptée</li> <li>Organiser son poste de travail</li> <li>Effectuer des mesures avec précision</li> <li>Reporter un point sur une courbe ou dans un tableau</li> <li>Effectuer un calcul simple</li> </ul>			
<b>Valider</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Exploiter et interpréter des observations ou des mesures</li> <li>Utiliser les symboles et unités adéquats</li> <li>Vérifier un résultat obtenu</li> <li>Valider ou infirmer une information, hypothèse, propriété ou loi</li> <li>Analyser des résultats de façon critique</li> <li>Proposer des améliorations de la démarche ou du modèle</li> <li>Utiliser du vocabulaire de la métrologie</li> </ul>			
<b>Communiquer</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Utiliser les notions et le vocabulaire scientifique adapté</li> <li>Présenter, formuler une proposition, une argumentation ou une conclusion de manière cohérente, complète et compréhensible</li> </ul>			
<b>Être autonome, Faire preuve d'initiatives</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Travailler seul, prendre des initiatives</li> <li>Analyser ses difficultés et demander une aide pertinente</li> <li>Travailler vite</li> </ul>			

