



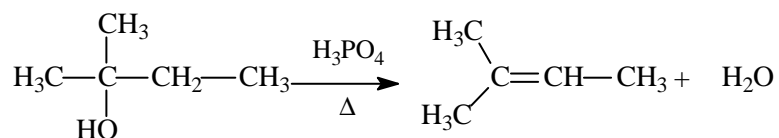
Déshydratation d'un alcool

Distillation fractionnée + Relargage + Lavage + Séchage + Indice de réfraction

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

1. Synthèse du 2-méthylbut-2-ène

La transformation réalisée est modélisée par la réaction d'équation :



La réaction d'élimination nécessite un chauffage et une catalyse au moyen d'un acide fort. Pour éviter la réaction retour, il est judicieux de limiter le contact entre l'alcène et l'eau ce qui amène à préférer l'utilisation d'un acide concentré. Par ailleurs, la distillation fractionnée est ici préférée au montage à reflux pour assurer le chauffage du milieu. Ainsi, le produit, plus volatil, est éliminé du milieu réactionnel.

Le produit organique brut devra subir plusieurs opérations de purification :

- Lavage de la phase organique par une ou des solutions aqueuses
- Séchage de la phase organique
- Distillation fractionnée finale (appelée parfois rectification)

En fin de synthèse, un contrôle de pureté devra être effectué.

- Sur le site internet, vous trouverez des vidéos permettant de correctement mettre en œuvre les techniques classiques de la chimie organique :
- Distillation fractionnée
 - Extraction liquide-liquide
 - Séchage d'un liquide organique
 - Mesure d'un indice de réfraction

- Phrases de sécurité sur les composés utilisés dans ce TP :

2-méthylbutan-2-ol		Eloigner des flammes et sources de chaleur Ne pas respirer ses vapeurs
Acide phosphorique		Porter des gants de protection et lunettes de protection En cas de contact avec les yeux, ôter les lentilles de contact si possible et rincer abondamment à l'eau pendant plusieurs minutes. Contacter le centre anti-poison
2-méthylbut-2-ène		Eloigner des flammes et sources de chaleur Ne pas respirer ses vapeurs, ni avaler Ne pas rejeter dans l'environnement (récupération dans bidon) En cas d'ingestion, contacter immédiatement le centre anti-poison et ne pas chercher à faire vomir.

2. Conseils

Les bons réflexes en synthèse organique



- ❑ Dresser un tableau d'avancement indiquant :
 - Les quantités de matière introduites → **Identifier le réactif limitant**
 - Les quantités de matière attendues à l'état final en imaginant la transformation totale.
- ❑ Identifier les réactifs en excès, et éventuellement le catalyseur et le solvant. Les reconnaître permet de donner du sens aux étapes de purification puisqu'elles servent à les éliminer.
- ❑ Dès le départ, réfléchir à la verrerie à utiliser pour faire les prélèvements, et repérer les éventuels temps-morts propices à la rédaction du compte-rendu et à la préparation de la paillasse pour les étapes suivantes.
- ❑ Préparer le calcul du rendement (en fin de TP, on n'a pas toujours le temps d'effectuer ce calcul. Si la formule est prête, c'est instantané !)
- ❑ Ranger la paillasse très régulièrement pour faciliter votre travail. Le jour J, sans parler des chances de casse plus grandes, chercher un objet sur une paillasse mal rangée est une source de stress supplémentaire.
- ❑ Noter vos observations en cours de synthèse (température, changement de couleur, aspect, etc...) afin de pouvoir les indiquer au jury lors des phases d'échange.

3. Attentes concernant le compte-rendu

- Dresser un organigramme pour rendre compte de la démarche adoptée dans cette synthèse :
- Indiquer vos observations (température, changement de couleur, aspect du milieu, etc...)
- Déterminer le rendement de votre synthèse.
- Conclure quant à la pureté du produit :
 - Température d'ébullition du dérivé éthylénique purifié (mesurée en tête de colonne pendant la distillation).
 - Indice de réfraction (à comparer à une valeur trouvée dans le Handbook).

4. Manipulation

- Réaliser un montage de distillation fractionnée. Le produit de la réaction isolé par distillation sera recueilli dans un erlenmeyer à fixer et à placer dans un bain eau-glace.

**Les pièces lourdes sont solidement fixées au moyen de pinces.
Les pièces légères sont fixées aux pièces lourdes à l'aide de clips.
Et le montage est construit du bas vers le haut.**

- Introduire, dans le ballon, 44 mL de 2-méthylbutan-2-ol (ou alcool *tert*-amylique) et, lentement, en agitant, 10 mL d'acide phosphorique à 85%.

Est-il prudent d'introduire les liquides au-dessus du chauffe-ballon ?

- Distiller l'alcène au fur et à mesure de sa formation, la température en tête de colonne ne doit pas dépasser 55°C

Comment contrôler rapidement et efficacement le chauffage pendant la réaction ?

- Arrêter de distiller lorsque le débit du distillat devient négligeable.
- Le montage est alors lavé (eau, puis acétone) et séché.
- Transvaser le distillat dans l'ampoule à décanter.



Investigation :

Proposer au professeur un protocole pour isoler l'alcène des autres composés présents dans le milieu. En dehors de la verrerie présente sur les paillasse, vous disposez d'une solution saturée de chlorure de sodium, de soude à 10% et d'eau distillée.

- Purifier le produit brut en distillant le liquide obtenu.

Quelles impuretés peut-il contenir ?

5. *En fin de séance*

Evacuation des produits :

- Le dérivé éthylénique purifié sera récupéré dans un flacon particulier dans la salle.
- Les autres liquides organiques seront évacués dans des bidons adéquats.

La paillasse doit être lavée et remise comme vous l'avez trouvée en arrivant.

Lavez-vous les mains !