



## 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. Présentation de la séance

Sous l'effet d'un chauffage fort, la 4-hydroxy-4-méthylpentan-2-one ( $\beta$ -cétole) subit une déshydratation (appelée ici crotonisation) conduisant à la 4-méthylpent-3-èn-2-one (appelée également oxyde de mésityle).

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

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

#### Questions préparatoires :

- Quelle allure peut-on attendre pour le diagramme de phases liquide-vapeur du mélange eau-composé organique ?
- Que contient la vapeur produite par ébullition du mélange réactionnel en cours de réaction ?

#### Phrases de sécurité associées aux substances utilisées dans ce TP :

*EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX : rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer. Appeler immédiatement un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin.*

$\beta$ -cétole (réactif)		Liquide et vapeurs inflammables. Provoque une sévère irritation des yeux <b>Manipuler avec des lunettes</b>
$\alpha$ -énone (produit)		Liquide et vapeurs inflammables. Nocif en cas d'ingestion ou de contact cutané Provoque une irritation cutanée et une sévère irritation des yeux. Toxique par inhalation, peut irriter les voies respiratoires. <b>Éviter de respirer les vapeurs. Porter des gants et des lunettes.</b>

### 2. Attentes concernant le compte-rendu

- Présenter la démarche du TP sous forme d'organigramme.
- Déterminer le rendement de votre synthèse.
- Analyser la pureté finale du produit synthétisé.

### 3. Manipulation



En complément des fiches techniques du cahier de TP, sur le site internet :

- CCM
- Distillations fractionnée
- Extraction liquide-liquide

- Réaliser un montage de distillation avec un ballon de 100 mL, calorifuger la colonne.
- Introduire, 65 mL de 4-hydroxy-4-méthylpentan-2-one, 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.
- Régler le chauffage pour avoir une ébullition, puis un débit de distillation d'une ou deux gouttes par seconde.
- Séparer le distillat en trois fractions (trois récipients différents) :
  - Fraction 1 (bêcher de 50 mL) : liquides ayant une température d'ébullition  $\theta < 80\text{ °C}$  ;
  - Fraction 2 (erlenmeyer rôdé de 150 mL) : liquide correspondant tel que  $80\text{ °C} < \theta < 126\text{ °C}$  : la température monte doucement et se stabilise. Noter cette température et l'aspect du distillat ;
  - Fraction 3 (erlenmeyer rôdé et pesé de 150 mL) : liquide tel que  $126\text{ °C} < \theta < 131\text{ °C}$ .
- Conserver la fraction 3.



#### Démarche d'investigation

*Comment isoler l'oxyde de mésityle pur au sein de la fraction 2. Proposer un protocole.*

### 4. Contrôle de pureté du produit synthétisé

Comme le produit obtenu est liquide, les analyses suivantes sont attendues :

- **Indice de réfraction**
- **Température d'ébullition**
- **Chromatographie sur couche mince :**
  - *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.

### 5. En fin de séance

- Evacuation des liquides organiques dans la poubelle à solvants adaptée.
- La paillasse doit être lavée et remise comme vous l'avez trouvée en arrivant.
- Lavez-vous les mains !