

TP15 – Synthèse magnésienne

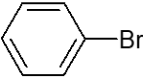

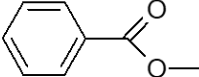





Synthétiser et évaluer la réussite de la synthèse magnésienne

Présentation

La synthèse consiste en la formation d'un organomagnésien mixte, puis en son addition sur un ester. Le composé obtenu est nommé triphénylméthanol.

Phrases de sécurité associées aux substances utilisées dans ce TP :

<p>Bromobenzène</p>  <p>Densité : 1,5</p>		<p>Liquide inflammable. Provoque une irritation cutanée. Toxique pour les environnements aquatiques, provoque des effets néfastes à long terme. Manipuler avec gants et lunettes Eviter le rejet dans l'environnement</p>
<p>Benzoate de méthyle</p> 		<p>Nocif en cas d'ingestion. En cas d'ingestion : appeler immédiatement le centre antipoison en cas de malaise. Rincer la bouche.</p>
<p>Ether diéthylique</p>		<p>Liquide et vapeur extrêmement inflammables. Nocif en cas d'ingestion. Peut provoquer des somnolences ou vertiges. Tenir à l'écart de la chaleur et des étincelles. Eviter de respirer les vapeurs.</p>
<p>Acide sulfurique concentré</p>		<p>Peut être corrosif pour les métaux. Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves. Ne pas respirer les vapeurs. Porter des gants de protection + blouse + lunettes. En cas de contact avec la peau ou les cheveux, enlever immédiatement les vêtements contaminés. Rincer la peau/se doucher. En cas d'inhalation, transporter la personne à l'extérieur, maintenir dans une position où elle peut confortablement respirer. Appeler un centre antipoison. En cas de contact avec les yeux, rincer avec précaution pendant plusieurs minutes. Eventuellement, enlever les lentilles de contact si cela est possible. Continuer à rincer.</p>

Bons réflexes en chimie organique



- Calculer les quantités de matière apportées et dresser un tableau d'avancement pour identifier le rôle des différentes substances (réactif limitant, réactif en excès, catalyseur, solvant, etc...)
- Préparer le calcul du rendement de manière à ne plus avoir qu'à faire l'application numérique en fin de TP.
- Ranger la paillasse régulièrement pour faciliter votre travail.
- 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.

Travail préparatoire

- Relire le cours sur la synthèse magnésienne. En particulier,
 - Aspect rendement : comment limiter la destruction du magnésien par réaction avec :
 - L'eau (verrerie, solvant, phase gaz)
 - Le dérivé halogéné.
 - Aspect sécuritaire : comment manipuler cette substance très réactive :
 - Magnésien est extrêmement basique : blouse, gants, lunettes
 - Réaction fortement exothermique : bain eau+glace à proximité et addition lente de l'halogénoalcane.
- Ecrire les équations de réaction modélisant les deux étapes de la synthèse
- Préparer le calcul du rendement.
- Relire les fiches techniques sur les techniques mises en œuvre ici :
 - Montage à reflux
 - Extraction liquide-liquide
 - Filtration et essorage
 - Recristallisation
 - Mesure d'un point de fusion

Attentes concernant le compte-rendu

- Justifier les proportions dans lesquelles sont introduits les composés.
- Présenter la démarche mise en place pour isoler le produit final sous forme de tableau :

Etape du protocole	Rôle/But


- Déterminer le rendement de votre synthèse.
- Analyser la pureté finale du produit synthétisé (la température de fusion mesurée est présentée au format : $\theta_{\text{fus}} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ et comparer à la valeur tabulée dans le Handbook)

Protocole

Synthèse du magnésien et addition sur l'ester


Le matériel servant à la fabrication du magnésien est stocké dans l'étuve pour éviter toute trace d'eau.

- Réaliser un montage à reflux avec ballon tricol et ampoule de coulée isobare. Le réfrigérant est surmonté d'une garde à chlorure de calcium anhydre.
- Peser 1,5 g de magnésium, le piler rapidement puis l'introduire dans le ballon grâce à un entonnoir à solide.



Ne surtout pas laisser de grains de solide sur le col du ballon : risque d'éclatement au moment d'introduire le réfrigérant.


- Introduire directement dans l'ampoule de coulée (prélèvement à la burette graduée) :
 - 3,6 mL de bromobenzène,
 - 7 mL d'éther diéthylique anhydre
- Introduire dans le ballon la moitié de cette solution sans agitation.



*L'apparition d'un trouble est le signe du démarrage de la réaction.
Si la réaction ne démarre pas, on peut :*

- *Placer brièvement sous le ballon un bain d'eau chaude, puis l'enlever dès l'apparition d'un trouble.*
- *Ou introduire un cristal de diode dans le ballon.*

- Une fois la réaction démarrée, agiter le milieu et introduire goutte à goutte la fin de la solution d'halogénoalcane.



*Contrôler l'introduction de la solution étherée en prêtant attention à l'intensité du reflux (en général, on recherche un reflux de 1 à 2 gouttes par seconde).
Si l'ébullition est trop forte, baisser le support élévateur et placer un bain d'eau et de glace.*

- Préparer un complément de solution d'halogénoalcane :
 - 2,6 mL de bromobenzène,
 - 25 mL d'éther diéthylique anhydre
- Introduire au goutte à goutte la totalité de cette solution, puis chauffer à reflux pendant 10 minutes grâce à un bain d'eau chaude (l'éther bout à 35 °C seulement, il est souvent inutile d'allumer le chauffe-ballon).
- Préparer la solution contenant l'électrophile :
 - 3 mL de benzoate de méthyle
 - 10 mL d'éther diéthylique anhydre
- Enlever le bain chaud et introduire goutte à goutte l'électrophile en contrôlant le débit grâce au rythme du reflux d'éther.
- Terminer en chauffant à reflux 10 minutes avec un bain d'eau chaude.

Hydrolyse acide

- Préparer une solution aqueuse acide :
 - 50 mL d'eau
 - Puis 3 mL d'acide sulfurique concentré (attention : lunettes !)
- Placer un bain d'eau et de glace sous le ballon tout en maintenant l'agitation.
- Introduire la solution acide dans l'ampoule de coulée, verser lentement au début, puis plus rapidement à la fin.

Traitement du milieu réactionnel

- Eliminer la phase aqueuse grâce à une ampoule de coulée.
- Laver la phase organique avec 30 mL d'eau.
- Recommencer avec 30 mL de solution saturée d'hydrogénocarbonate (attention : dégagement gazeux puissant).
- Laver une dernière fois la phase organique avec 30 mL d'eau.
- Sécher la phase organique avec du sulfate de magnésium anhydre. Filtrer sur coton de verre dans le ballon piriforme.
- Eliminer l'éther à l'évaporateur rotatif.
- Ajouter 30 mL d'éther de pétrole (= mélange d'alcane issus d'une distillation du pétrole) sous la hotte et filtrer sur Büchner.

Contrôle de pureté

- Mesurer le point de fusion du solide synthétisé.

Expérience complémentaire

- Sous hotte, dans un verre de montre, introduire 2 gouttes d'acide sulfurique sur quelques cristaux de triphénylméthanol.
- Observer et expliquer le phénomène.

A la fin de la séance

- Evacuation des produits : Attention concernant l'évacuation des solvants organiques dans la poubelle spécifique :



- La pailasse est lavée et remise en ordre à la fin de la séance.
- Se laver les mains avant de quitter la salle.