INTERROGATION PRELIMINAIRE A LA MANIPULATION

Le but du TP est la synthèse organique d'un alcène par déshydratation en milieu acide d'un alcool tertiaire.
L'alcool utilisé est le 2-méthylbutan-2-ol, il se déshydrate en présence d'acide phosphorique concentré en 2-méthylbut-2-ène essentiellement.

1. Ecrire la formule semi-développée du 2-méthylbutan-2-ol et la formule brute de l'acide phosphorique.

2. Ecrire l'équation de réaction de déshydratation.

3. Quel est le rôle de l'acide phosphorique ?

4. Quel autre alcène peut également se former ?

5. On peut qualitativement mettre en évidence la présence d'un alcène par différentes méthodes. En proposer deux.

6. On réalisera une distillation sur le milieu réactionnel. Quelle doit être l'allure de la courbe de température lors de la distillation ? Quel produit constitue le distillat ? Quand arrêtera –t-on la distillation ?

7. Dessiner le montage à réaliser pour une distillation en le légendant et en précisant les points de fixation.

8. Quelles autres méthodes peut-on mettre en œuvre pour séparer l'alcène formé du milieu réactionnel ? Les présenter brièvement.

9. Quelles analyses physico-chimiques peut-on réaliser pour caractériser l'alcène formé ?

Données à conserver pour le TP :

2-méthylbutan-2-ol

- masse molaire : M = 88,15 $g.mol^{-1}$.
- température d'ébullition sous pression normale teb = 102,5 ° C
- densité par rapport à l'eau d = 0,806
- indice de réfraction n = 1,4052
- Solubilité: eau (14% en masse à 30°C); infiniment soluble dans l'éthanol et l'éthoxyéthane.
- Risques : R 10 ; R 23 ; R 24 ; R 25 ; R 36 ; R 37 ; R 38.

2-méthylbut-2-ène

- Masse molaire : M = 70,14 g.mol-1
- Température d'ébullition (sous la pression normale) : 38,5 °C.
- Densité (par rapport à l'eau) : d = 0,6623
- Indice de réfraction : n = 1,3874
- Très peu soluble dans l'eau
- Risques : R 11 ; R 36 ; R 37 ; R 38.
- produit très volatil et très inflammable.

acide phosphorique concentré

- Pureté 85%
- densité d = 1.69,
- Risques : R 34.
- extrêmement corrosif

SYNTHESE

En gras figurent les numéros des questions qui ont trait à la partie du protocole concernée ou à un renvoi à la feuille de résultats quand une mesure doit y être reportée.
Les questions sont sur le deuxième document qui sera rendu en fin d'épreuve.

Matériel disponible :

Individuel :

- Ballon de 100 mL
- Thermomètre
- Colonne à distiller
- Réfrigérant droit
- Allonge de recette
- 2 erlenmeyers de 100 mL
- Ampoule à décanter
- Eprouvettes de 10 et 50 mL
- Supports boy
- Noix + Pinces
- Clips de fixation en plastique
- Papier pH
- Entonnoir
- Laine de verre
- Tige de verre
- Eau distillée

Collectif

- 2-méthylbutan-2-ol
- acide phosphorique à 85 %
- sulfate de magnésium anhydre
- spatule
- solution d'hydroxyde de sodium à 10%
- balance
- réfractomètre
- bidon eau distillée

MANIPULATION

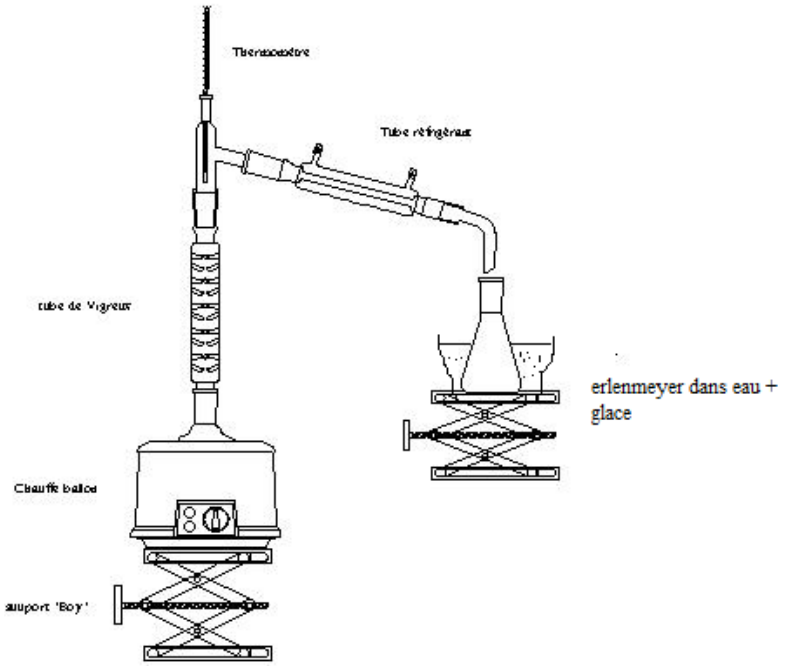
➢ Dans un ballon de 100 mL, placé dans un bain d'eau + glace, introduire

- quelques grains de pierre ponce
- 31 mL de 2-méthylbutan-2-ol
- 10 mL d'acide phosphorique à 85 % par petites fractions et en agitant

- Retirer le ballon du bain de glace et bien l'essuyer. Le surmonter d'une colonne à distiller. Réaliser le montage suivant en utilisant les supports et fixations nécessaires (qui ne figurent pas sur le schéma)
  Le distillat sera recueilli dans un erlenmeyer qu'on aura au préalable pesé et placé dans un bain d'eau et de glace.

Feuille de résultats 1

Réaliser la distillation de l'alcène.



Question 1
Question 2

- Arrêter la distillation quand le débit de distillat devient négligeable. La température ne doit jamais dépasser 55°C en tête de colonne.

- Peser l'erlen et son contenu

Feuille de résultats 2
Question 3

- Il y a toujours un peu d'impuretés entrainées lors de la distillation. On se propose donc de laver le distillat.
  Transvaser le contenu de l'erlen dans une ampoule à décanter.
  Laver avec 15 mL de solution hydroxyde de sodium à 10% puis avec de l'eau (fractions de même volume que la solution d'hydroxyde) jusqu'à quasi neutralité.

Question 4

- Récupérer l'alcène dans un bécher de 100 mL propre et sec. Ajouter une spatule de sulfate de magnésium anhydre, agiter quelques minutes. Filtrer sur laine de verre dans un erlenmeyer de 100 mL préalablement taré.

Feuille de résultats 3

- Peser l'erlen et le produit obtenu. Calculer le rendement r_2 en produit pur obtenu.

Feuille de résultats 4
Question 5
Question 6

- Mesurer l'indice de réfraction

Feuille de résultats 5

Feuille de résultats

Résultat 1	**Masse de l'erlen vide** **M_1 =**	
Résultat2	**Masse de l'erlen avec distillat** **M_2 =**	**Masse de produit distillé (brut)** **Mb =**
Résultat3	**Masse de l'erlen vide** **M_3=**	
Résultat 4	**Masse de l'erlen avec produit pur** **M_4 =**	**Masse de produit pur** **Mp =**
Résultat 5	**Indice de réfraction** **n =**	

Questions

Question 1
Calculer les quantités de matière en réactifs introduites. En déduire la masse théorique d'alcène qui peut se former.

Question 2
Pourquoi prend-on la précaution de placer l'erlen (et le ballon de réaction au départ) dans un bain très froid ?

Question 3
Calculer le rendement r_1 en produit brut obtenu.

Question 4
Quelle est l'impureté entrainée avec le distillat ? Quel est le rôle de la solution d'hydroxyde de sodium ?

Question 5
A quoi sert le sulfate de magnésium anhydre ?

Question 6

Calculer le rendement r_2 en produit pur obtenu.