



TP N°13 : SYNTHÈSE D'UN DÉRIVÉ HALOGÉNÉ

Objectifs :

- Réaliser une synthèse chimique.
- Obtenir un dérivé halogéné à partir d'un alcool.
- Déterminer le rendement de la réaction.

I Principe de la synthèse :

Le but est d'obtenir le dérivé halogéné **2-chloro-2-méthylpropane**.

Question : **Quel alcool doit-on faire réagir, et avec quel réactif** pour obtenir ce produit ?
(Pour vous aider écrivez la formule semi-développée du dérivé à obtenir)

Le dérivé halogéné à obtenir est insoluble dans la phase aqueuse, il se trouvera donc séparé après réaction.

Une fois extrait, on le purifiera par distillation fractionnée et nous le caractériserons.

Données :

	Alcool :	2-chloro-2-méthylpropane
Densité	0.781	0.836
T°éb (°C)	83	51
M (g/mol)	74.0	92.5

II Protocole expérimental :

1) Obtention du dérivé halogéné :

- Dans un erlenmeyer de 250 mL, **introduisez sous la hotte** et à l'éprouvette graduée **25 mL de l'alcool** à faire réagir.
- Après avoir mis lunettes et gants**, introduisez **60 mL de solution concentrée d'acide chlorhydrique** (environ 11 mol/L) mesurés à l'éprouvette gradué.
- Introduisez un barreau aimanté, adaptez un condenseur à air** puis placez l'ensemble sur un agitateur magnétique. Laissez agir **20 minutes**.

On doit obtenir deux phases distinctes, l'une aqueuse, et l'autre organique contenant principalement le dérivé chloré.

Question : Ecrivez l'équation de la réaction.

2) Séparation des deux phases et séchage :

- Retirez le barreau aimanté et **transvasez le mélange dans une ampoule à décanter**.
- Identifiez la phase aqueuse puis évacuez-la** avec précaution, car elle est très acide.
- Ajoutez** alors prudemment dans l'ampoule **50 mL d'hydrogénocarbonate de sodium** ($\text{Na}^+_{(\text{aq})} + \text{HCO}_3^-_{(\text{aq})}$).
- Quand le dégagement gazeux a cessé**, bouchez l'ampoule et retournez-la en maintenant correctement le bouchon, ouvrez le robinet afin d'évacuer les gaz.
- Agitez enfin l'ampoule pour favoriser le lavage de la phase organique.
- Remplacez l'ampoule dans son support et débouchez-la. Evacuez de nouveau la phase aqueuse.**
- A la phase organique restée dans l'ampoule ajoutez **20 mL d'eau distillée**, agitez comme précédemment, **dégazer et laissez décanter. Evacuer encore la phase aqueuse.**



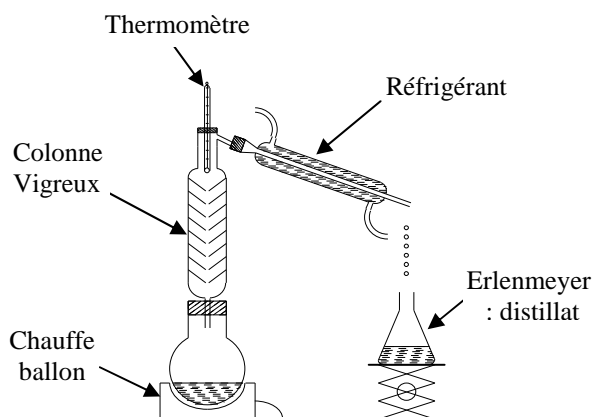
- h. **Recueillez la phase organique** dans un erlenmeyer contenant 2 spatules de sulfate de magnésium anhydre. **Agitez pendant 5 minutes.**
(si tout le solide s'est aggloméré, rajoutez un peu de sulfate de magnésium anhydre)

Questions :

- Comment **expliquer le dégagement gazeux** observé dans l'ampoule à décanter ? **Ecrivez l'équation de la réaction.**
- Quel est le **rôle du sulfate de magnésium anhydre** ?

3) Purification du produit obtenu :

- Après avoir laissé reposer quelques instants, **filtrez le mélange** et recueillez le filtrat dans un **ballon sec.**
- Rincez le filtre avec 25 mL de cyclohexane** (il ne perturbera pas la distillation)
- Ajoutez de la pierre ponce** dans le ballon et **réalisez le montage** à distiller ci-dessous.



Faites circuler l'eau dans le réfrigérant puis **chauffez à ébullition le ballon**. Remarquez la montée du front de condensation puis la forte augmentation de la température.

- Notez la température** lorsque le produit distille, et recueillez celui-ci dans un **erlenmeyer, sec et pesé au préalable.**
- Lorsque tout le produit a été distillé, arrêtez le chauffe ballon et descendez-le d'en dessous le ballon.

Questions : faites un schéma légendé du montage de distillation.

III Résultats :

Déterminez la masse de distillat obtenu.

Questions :

- Comment **vérifier que le produit obtenu est un composé halogéné** ? Réalisez le test correspondant et concluez.
- Déterminez les **quantités de matière initiales des réactifs**, déduisez-en quel est le réactif limitant de la réaction.
- Déterminez** la quantité maximale de composé halogéné attendue n_{\max} , puis la quantité réellement obtenue $n_{\text{réel}}$.
- Déduisez-en le rendement de cette synthèse**, faites grâce à une réaction de substitution.