

Objectif : Utiliser des techniques de base en chimie organique pour synthétiser un produit organique, le purifier et l'identifier.

Sécurité:

2-chloro-2-méthyl butane : très inflammable, nocif par inhalation et par contact avec la peau.

2-méthylbutan-2-ol : inflammable, nocif par inhalation (agit sur le système nerveux central, narcotique).

Acide chlorhydrique concentré : corrosif, nocif par inhalation et par contact.

Déroulement de la manipulation : risques d'explosion si les consignes de sécurité ne sont pas respectées !!

Port des lunettes obligatoire du début à la fin.

Mode opératoire: suivre les consignes qui suivent point par point et dans l'ordre.

- Lire tout le protocole ;
- Sous la hotte, introduire 35 cm³ (avec une éprouvette graduée) d'acide chlorhydrique concentré dans un erlen. Ne rien renverser! Avec un chiffon, essuyer toute goutte qui s'écoule à l'extérieur ;
- Ajouter petit à petit et avec précaution 17 cm³ (avec une éprouvette graduée) de 2-méthyl butan-2-ol ;
- **Fermer** l'erlen avec un bouchon et le fixer à une pince et agiter énergiquement (agitateur magnétique) pendant 30 minutes, sur la paillasse (ne pas patienter 30 minutes sans rien faire !!) ;
- **Monter l'appareil à distiller sur votre paillasse. Attention à la fixation de tous les constituants de l'appareil à distiller!**
- **Appeler votre professeur pour un contrôle du montage** (avez-vous pensé à introduire 3 pierres ponces dans le ballon ?) ;
- Sur votre paillasse, transvaser le contenu de l'erlen dans l'ampoule à décanter et laisser décanter.
- Eliminer la phase aqueuse (*penser à relever les densités des phases en présence pour savoir où se trouve la phase aqueuse*).

- Laver la phase organique avec 5 cm³ (éprouvette graduée) d'une solution à 5% d'hydrogénocarbonate de sodium (NaHCO₃). ATTENTION AU DEGAGEMENT GAZEUX. OUVRIR SOUVENT LE ROBINET!!!!
- Décanter et éliminer la phase aqueuse ;
- Effectuer encore les 2 points précédents à 2 reprises.
- Laver la phase organique avec 5 cm³ d'eau ;
- Décanter et éliminer la phase aqueuse ;
- Effectuer encore les 2 points précédents à 2 reprises.

- Après élimination totale de la phase aqueuse, recueillir la phase organique dans un erlen **SEC** ;
- Sécher cette phase organique sur sulfate de sodium anhydre ;
- Filtrer sur coton de verre et récupérer le filtrat dans un erlen **SEC** ;
- Chercher l'indice de réfraction du produit pur et la température d'ébullition et les noter ;
- **Remplir le ballon de l'appareil à distiller avec le produit synthétisé précédemment et procéder à la distillation en suivant les consignes du professeur ;**
- **ATTENTION:** Ne récupérer le distillat que lorsque la température d'ébullition en tête de colonne est la bonne (laquelle ?). On récupère le distillat dans une éprouvette graduée propre et sèche.
- Distiller doucement ! (3-4 gouttes par seconde) ;
- **ARRETER LA DISTILLATION AVANT EVAPORATION TOTALE DU PRODUIT DANS LE BALLON (risques d'explosion!!) ;**
- Mesurer le volume de distillat obtenu, calculer le rendement de la synthèse ;
- Prendre l'indice de réfraction du produit.

LE REFRACTOMETRE D'ABBE

I) Principe:

Ce type de réfractomètre permet de mesurer les indices de réfraction des substances liquides ou des solides transparents ou opaques dans un domaine de 1,3 à 1,7.

L'indication donnée par la lecture est relative à la raie D du sodium, bien qu'il suffise d'opérer à la lumière du jour ou d'une lampe ordinaire dans la mesure où des prismes compensateurs permettent de déterminer l'indice de réfraction équivalent à celui de la raie D du sodium.

La précision de lecture est d'environ 0,0002. Quelques gouttes, seulement, de l'échantillon suffisent à effectuer une mesure.

Le système optique du réfractomètre est basé sur la mesure de l'angle d'incidence limite à l'interface du liquide et d'un prisme en verre au plomb. Dans le réfractomètre, le faisceau lumineux incident rase l'une des faces des deux prismes entre lesquels un peu de liquide est retenu. L'observateur règle l'incidence de ce faisceau au voisinage de l'angle limite de manière à ce qu'une partie du rayon soit réfléchi et l'autre réfractée. Il voit alors, dans un oculaire, une zone sombre (rayon réfléchi) et une zone claire (rayon réfracté). La ligne de séparation de ces deux zones, correspondant à l'angle limite, est amenée sur un repère. La valeur de l'indice de réfraction est directement déduite de cet angle et est lue sur une échelle visible à travers l'oculaire.

L'échelle supérieure est graduée de 1,3000 à 1,7000 indiquant la valeur de l'indice de réfraction, l'échelle inférieure, graduée de 0 à 85, donne en pourcentage la teneur en matière sèche des jus sucrés.

II) Utilisation:

→ 1) Diriger l'appareil vers la lumière après avoir ouvert le volet (3) qui se trouve sur le prisme d'éclairage.

→ 2) Régler l'oculaire (6) pour une vision nette du réticule et de l'index.

→ 3) Relever le prisme d'éclairage (9) après l'avoir débloquer en tournant la mollette (8).

→ 4) Nettoyer les deux faces de verre apparentes à l'aide de papier Joseph (pour éviter les rayures à leur surface) et d'un PEU d'alcool ou d'acétone.

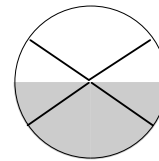
→ 5) Déposer quelques gouttes de liquide sur la face du prisme non mobile et de préférence sur la moitié arrière.

→ 6) Rabattre le prisme d'éclairage et le verrouiller à l'aide de la mollette (8).

→ 7) En agissant sur la mollette (14) amener vers le centre du champ de l'oculaire la ligne de séparation des plages sombres et claires.

→ 8) Supprimer l'irisation que peut présenter la limite de séparation à l'aide du bouton (1).

→ 9) Amener à l'aide de la mollette (14), cette limite à passer EXACTEMENT par la croisée des lignes du réticule. Le champ observé présente alors l'aspect suivant:



→ 10) Lire la valeur de l'indice de réfraction à travers l'oculaire sur l'échelle du bas.

→ 11) Nettoyer les deux faces de verre apparentes comme décrit plus haut après avoir terminé votre mesure!

