

Déshydratation du cyclohexanol

Objectifs :

- Réaliser une manipulation de chimie organique et caractériser les produits obtenus ;
- Perfectionner les acquis sur des techniques de base en chimie organique.

Sécurité :

- cyclohexanol : toxique par inhalation et ingestion ;
- cyclohexène : très inflammable ;
- l'acide phosphorique concentré : **très corrosif.**

En ce qui concerne le montage de distillation, il existe un risque d'incident dû à une ébullition excessive : rester **devant le montage**, et surveiller **en permanence** l'ébullition.

Produit	M (g/mol)	Densité	T _{eb} (°C)	n _D
cyclohexanol	100,16	0,96	Handbook !!	Handbook !!
cyclohexène	82,14	0,81	Handbook !!	Handbook !!

Le port des lunettes est obligatoire pendant toute la durée du TP.

I) Obtention du mélange brut eau-cyclohexène :

Cette opération élimine du mélange réactionnel le cyclohexène et l'eau, dès leur formation, en laissant dans le ballon les résidus et les impuretés. On chauffe graduellement, pour entraîner le cyclohexène avec la vapeur d'eau : il s'agit d'une hydrodistillation (débit de distillat faible, 1 à 2 gouttes par seconde). On recueille le distillat dans un erlenmeyer refroidi dans un bain de glace. *La température en tête de colonne ne doit pas dépasser 110°C.* Le distillat se compose de deux phases non miscibles. Ces notions seront reprises en seconde année.

• Activités expérimentales :

- Lire l'ensemble du protocole qui suit !
- Le premier travail consiste à réaliser le montage de distillation.
- Prélever 20 mL de cyclohexanol dans une éprouvette graduée, les introduire dans un ballon rodé de 100 mL (sous la hotte) ;
- Ajouter 5 mL d'acide phosphorique concentré mesurés avec une éprouvette de 10 mL (sous la hotte) ;
- Ajouter 3 grains de pierre ponce (afin de réguler l'ébullition) ;
- Mettre en marche le chauffage à 90% de la puissance maximale ;
- Surveiller la température en haut de colonne : elle ne doit pas trop excéder 110°C (si cela arrivait, descendre de quelques millimètres le dispositif de chauffage à l'aide du support élévateur) ;
- Le débit de distillation doit être environ de 1 à 2 gouttes par seconde ;
- Quelle est l'équation-bilan de la réaction ?
- Calculer les quantités de matière de cyclohexanol utilisé et de cyclohexène attendu ;
- Relever dans le Handbook les propriétés physiques de façon à remplir le tableau ci-dessus.

II) Séparation du cyclohexène :

- Transvaser le distillat dans une ampoule à décanter, introduire *avec précaution* 15

- mL de solution d'hydroxyde de sodium à 10% ;
- Où se trouve le cyclohexène ?
 - Introduire du chlorure de sodium (solide) jusqu'à saturation, décanter, récupérer le cyclohexène : relargage (salting-out) ;
 - Rincer la phase organique à l'eau salée (solution saturée) (3 x 10 mL, relargage ou salting-out) ;
 - Recueillir la phase organique dans un erlenmeyer et la sécher sulfate de sodium anhydre ;
 - Filtrer et récupérer la phase organique ;
 - Déterminer la masse obtenue (comment ?)
 - Mesurer l'indice de réfraction du cyclohexène, calculer le rendement de la réaction.

III) Questions :

- Écrire l'équation-bilan de la réaction ; proposer un mécanisme, justifier l'utilisation de l'acide phosphorique. La réaction est-elle inversable ? Dans quelles conditions ? Cette élimination est-elle sous contrôle cinétique ou thermodynamique ?
- Quel est le rôle du lavage avec la solution d'hydroxyde de sodium ?
- Donner les résultats de la synthèse (indice de réfraction, masse recueillie, rendement).