

A partir d'un alcool tertiaire cette substitution est relativement rapide et le rendement élevé. On peut opérer à température ambiante.

Le dérivé halogéné est peu soluble dans l'eau. Sa solubilité dans l'eau est en plus affaiblie par l'utilisation de chlorure de sodium : la présence des ions Na^+ et Cl^- dans la phase aqueuse accroît la polarité de cette phase et diminue ainsi la solubilité des composés peu polaires (**effet de relargage**).

Protocole

- Sous la hotte, introduire dans un ballon bicol (ou tricol) équipé d'un réfrigérant à eau et d'une ampoule de coulée (montage à reflux) :
 - 15 mL d'alcool (2-méthylpropan-2-ol) (Selon la valeur de la température ambiante dans la salle de TP, il peut être nécessaire de le faire fondre au préalable dans un bain marie d'eau chaude !)
 - environ 3g de chlorure de sodium
- Ajouter ensuite AVEC PRECAUTION grâce à l'ampoule de coulée 45 mL d'acide chlorhydrique concentré et agiter pendant 10 minutes (agitateur magnétique). Le dérivé monohalogéné peu miscible à l'eau forme une phase différente.
- Séparer les deux phases dans une ampoule à décanter et éliminer la phase aqueuse

Questions

1. Pourquoi le réactif peut-il être solidifié ?
2. Quel est l'utilité du montage à reflux ? Quel type de réfrigérant utilise-t-on habituellement dans ce montage ?
3. La phase aqueuse est-elle la phase inférieure ou supérieure ? Comment peut-on le prévoir ?

II/ Lavage

Protocole

- Dans l'ampoule à décanter contenant le dérivé halogéné, ajouter AVEC PRECAUTION 15 mL d'hydrogénocarbonate de sodium $\text{Na}^+ + \text{HCO}_3^-$ à 5%. Laisser l'ampoule ouverte tant que le dégagement gazeux est important puis agiter jusqu'à cessation de l'effervescence (éliminer de temps en temps la surpression à l'aide du robinet). Séparer les phases et conserver la phase organique.
- Laver la phase organique avec 15 mL d'eau. Vérifier la neutralité de la phase aqueuse avec un papier pH. Si nécessaire effectuer un lavage supplémentaire.

Question

4. Quel est le rôle du lavage avec HCO_3^- ? Quel gaz se dégage dans l'ampoule ? Écrire la réaction expliquant sa formation. Pourrait-on utiliser de la soude pour ce lavage ? Pourquoi ?

III/ Séchage de la phase organique

Protocole

- Verser le dérivé halogéné dans un erlenmeyer sec et ajouter du chlorure de calcium (ou du sulfate de magnésium) anhydre. Agiter doucement. Le chlorure de calcium anhydre absorbe l'eau présente dans la phase organique. La quantité de chlorure de calcium (ou de sulfate de magnésium) introduite est suffisante lorsque celui-ci reste pulvérulent (sous forme de poudre qui se détache du fond de l'erlenmeyer).
- Filtrer (entonnoir + papier filtre plissé) de façon à obtenir le dérivé halogéné dans un ballon sec.

IV/ Distillation et mesure de l'indice de réfraction

Protocole

- Surmonter le ballon sec contenant le dérivé halogéné d'une colonne de Vigreux connectée au réfrigérant. Ajouter quelques grains de pierre ponce et distiller. Recueillir dans une éprouvette de 25 mL sèche, préalablement tarée, la fraction lorsque la température en haut de la colonne correspond à la température d'ébullition du dérivé halogéné. Cette température, caractéristique du produit, constitue un critère de pureté. (En pratique on recueillera la fraction passant entre 48 °C et 51 °C).
- Cesser le chauffage lorsqu'il ne reste plus que quelques mL de liquide dans le ballon (pour ne pas chauffer le ballon à sec !)

Questions

5. Faire un schéma du montage de distillation en expliquant le rôle des différents éléments et le principe de la séparation. Quel est le rôle de la pierre ponce ?
6. Peser la quantité de dérivé chloré obtenu et calculer le rendement de la préparation.
7. Mesurer l'indice de réfraction au réfractomètre d'Abbe et comparer à la valeur de la littérature