

TP 10 : Synthèse d'un organomagnésien et addition sur la propanone

I Protocole












Placer 2,45 g de tournure de magnésium dans le ballon (le magnésium déjà pesé se trouve à l'étuve), ajouter 12 mL d'éthoxyéthane ; établir la circulation d'eau dans le réfrigérant muni d'une garde à CaCl_2 et mettre l'agitateur en marche sans chauffer. Préparer un mélange de 11 mL de 1-bromobutane et de 10 mL d'éthoxyéthane et le placer dans l'ampoule de coulée ; en couler environ 1 mL dans le ballon. Attendre le début de la réaction puis ajouter alors 20 mL d'éthoxyéthane ; couler ensuite goutte à goutte le reste de la solution de bromobutane en contrôlant le débit de manière à maintenir une douce ébullition. Une fois que le reflux a cessé, préparer un mélange de 4,5 mL d'acétone et de 6 mL d'éthoxyéthane et l'ajouter goutte à goutte par l'ampoule de coulée de façon à maintenir une douce ébullition ; quand cette ébullition a cessé, refroidir avec un bain glacé. Couler goutte à goutte 30 mL d'eau par l'ampoule de coulée, tout en agitant et en continuant de refroidir. Couler goutte à goutte ensuite un mélange de 15 mL d'eau et de 20 mL d'acide chlorhydrique concentré. Tous les solides doivent se redissoudre. Séparer les phases aqueuses et organiques et procéder à une extraction double de la phase aqueuse par 2x20 mL d'éther diéthylique ; éliminer l'eau et réunir les phases éthérées. Laver la phase organique avec 20 mL d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium à 10% puis par 20 mL d'une solution de chlorure de sodium saturée. Sécher la phase organique avec du sulfate de sodium anhydre. Filtrer le solide et récupérer le filtrat dans un ballon, préalablement taré, s'adaptant à l'évaporateur rotatif et procéder à une élimination sous pression réduite de l'éther. Peser l'alcool obtenu. Mesurer l'indice de réfraction.

II Questions

- 1) Représenter la séquence réactionnelle étudiée.
- 2) Identifier les différentes étapes dans le protocole : réactions de synthèse, extraction, analyse etc...
- 3) Proposer un mécanisme pour la réaction étudiée.
- 4) Préciser les précautions expérimentales à mettre en oeuvre pour cette synthèse.
- 5) Déterminer le rendement de la réaction.
- 6) Justifier l'intérêt de l'extraction de la phase aqueuse et la pertinence de le faire en une double extraction.
- 7) Justifier l'utilité du lavage par la solution d'hydrogénocarbonate de sodium.
- 8) Justifier l'utilité du lavage par la solution de chlorure de sodium.
- 9) Justifier l'utilité du séchage par le sulfate de sodium anhydre.

III Annexes

III.1 Fiches toxicologiques

<p>Magnésium</p> <p>H228, H261 Solide gris argenté inodore $M = 24,31 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d = 1,75$ $T_f = 650 \text{ °C}$ $T_E = 1107 \text{ °C}$</p>	
<p>1-bromobutane</p> <p>H225, H315 Liquide jaune clair à l'odeur forte $M = 137,02 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d = 1,27$ $T_f = -112 \text{ °C}$ $T_E = 100 \text{ °C}$</p>	 
<p>Bromure de 1-butyilmagnésium</p> <p>H225, H260, H302, H314, H335, H371, H372 Liquide marron trouble $M = 161,323 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d = 0,97$</p>	   
<p>Ethoxyéthane</p> <p>H224 H302 H336 Liquide incolore à l'odeur caractéristique, très volatile et extrêmement inflammable $M = 74,12 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d = 0,713$ $T_f = -123 \text{ °C}$ $T_E = 35 \text{ °C}$</p>	 
<p>Propanone (Acétone)</p> <p>H225, H319, H336, EUH066 Liquide incolore et volatile $M = 58,08 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d = 0,783$ $T_f = -94,6 \text{ °C}$ $T_E = 56,1 \text{ °C}$</p>	 
<p>Acide chlorhydrique concentré (env $10 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)</p> <p>H314, H335 Liquide incolore à jaune clair à l'odeur piquante $M = 36,46 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d = 1,19$ $T_f = -30 \text{ °C}$</p>	