

2008-5 partie 1 : synthèse d'un liquide « dans le désordre »

Le butoxybenzène ($C_6H_5-OCH_2CH_2CH_2CH_3$) est préparé par réaction du 1-bromobutane avec le phénolate de sodium, en milieu aqueux. La réaction est accélérée par une catalyse par transfert de phase.

Mesurer l'indice de réfraction du produit obtenu.

Laver la phase organique avec 50 mL de soude à 5 % puis avec 50 mL d'eau.

Porter le mélange à reflux sous vive agitation pendant 50 min.

Dans un ballon tricol de 250 mL convenablement équipé, placer une solution (fournie) contenant 14 g d'hydroxyde de sodium, 24 g de phénol et 50 mL d'eau ; ajouter 25,0 g de 1-bromobutane, puis ajouter 2,0 g de chlorure de benzyltributylammonium (catalyseur de transfert de phase).

Distiller la phase organique sous pression atmosphérique en calorifugeant le ballon et une partie de la colonne.

Sécher sur sulfate de magnésium anhydre.

Faire l'analyse CPG du butoxybenzène préparé. Il sera fourni par le centre d'examen le chromatogramme en phase gazeuse du mélange commercial 1-bromobutane/butoxybenzène.

Bien refroidir puis transférer le mélange réactionnel dans une ampoule à décanter. Eliminer la phase aqueuse et récupérer la phase organique

Peser la masse m de produit obtenu dans un flacon étiqueté prévu à cet effet.

2008-5 partie 2 : synthèse d'un solide « dans le désordre »

On réalise la synthèse d'une amine secondaire J par réduction de l'imine I à l'aide du tétrahydruroborate de sodium.

Réaliser une CCM.

Sécher à l'étuve à 90 °C jusqu'à masse constante, $m_{?}$.

Laisser reposer 10 min puis filtrer sur büchner. Laver le solide avec un peu d'éthanol froid.

Introduire 2,5 g de l'imine préparée dans un erlenmeyer ; ajouter 12,5 mL d'éthanol absolu. Agiter (agitateur magnétique) et refroidir à 5 °C.

Sécher soigneusement sur papier filtre. Peser la masse $m_{?}$ de produit brut obtenu.

Tout en maintenant l'agitation, introduire 0,25 g de tétrahydruroborate de sodium par petites portions. La température ne doit pas dépasser 10 °C.

Recristalliser l'autre moitié (masse $m_{?}$) dans l'éthanol.

Mesurer la température de fusion de l'imine I.

Placer la moitié du produit brut (masse $m_{?}$) à l'étuve à 90°C jusqu'à masse constante, $m_{?}$.