

## TP... - Transformation d'un alcool en cétone :

### Synthèse de la butanone à partir du butan-2-ol

#### I. PRINCIPE DE LA SYNTHÈSE

Le but du TP est de synthétiser la butanone par **oxydation du butan-2-ol** par l'eau de javel en présence d'acide éthanoïque. La butanone est présente dans notre environnement naturel et industriel. C'est un liquide d'odeur assez agréable, entrant dans la composition de peintures pour sa forte volatilité, et sa capacité à dissoudre un grand nombre de substances. Elle est aussi utilisée dans la confection de colles et d'agents nettoyeurs. Dans la nature, elle est produite par certaines plantes et arbres et se trouve à l'état de traces dans certains fruits. Elle est aussi émise dans l'air en faible quantité par les gaz d'échappement des automobiles.

La butanone est mise en évidence par le test à la 2,4-dinitrophénylhydrazine, notée DNPH : en présence d'une solution de DNPH en excès, une goutte de cétone donne un précipité jaune.

#### II. RISQUES ET SECURITE

Les espèces chimiques pouvant présenter des dangers pour la faune et la flore, portent un pictogramme sur l'étiquette du récipient qui les contient (code européen).

✍ Repérez les pictogrammes qui correspondent à l'eau de javel, à la butanone, au butan-2-ol et à l'acide éthanoïque (ou acide acétique) et respecter les mesures de sécurité nécessaires pendant tout le TP.

#### III. DONNEES

	$M$ (g.mol <sup>-1</sup> )	Température de fusion sous 1,013 bar $\vartheta_{fus}$ (°C)	Température d'ébullition sous 1,013 bar $\vartheta_{Eb}$ (°C)	Densité $d$	Solubilité dans l'eau à 20 °C
butan-2-ol		- 115	94	0,81	15 %
butanone		- 87	80	0,81	27 %
Acide éthanoïque	60	17	118	1,05	totale

L'eau de javel est un mélange équimolaire d'hypochlorite de sodium ( $Na^+_{(aq)} + ClO^-_{(aq)}$ ) et de chlorure de sodium ( $Na^+_{(aq)} + Cl^-_{(aq)}$ ). *L'ion hypochlorite  $ClO^-$  est la base conjuguée de l'acide hypochloreux  $ClOH$ .* La concentration molaire en ions hypochlorite  $ClO^-$  d'une eau de javel à 48 °chl vaut 2,14 mol.L<sup>-1</sup>.

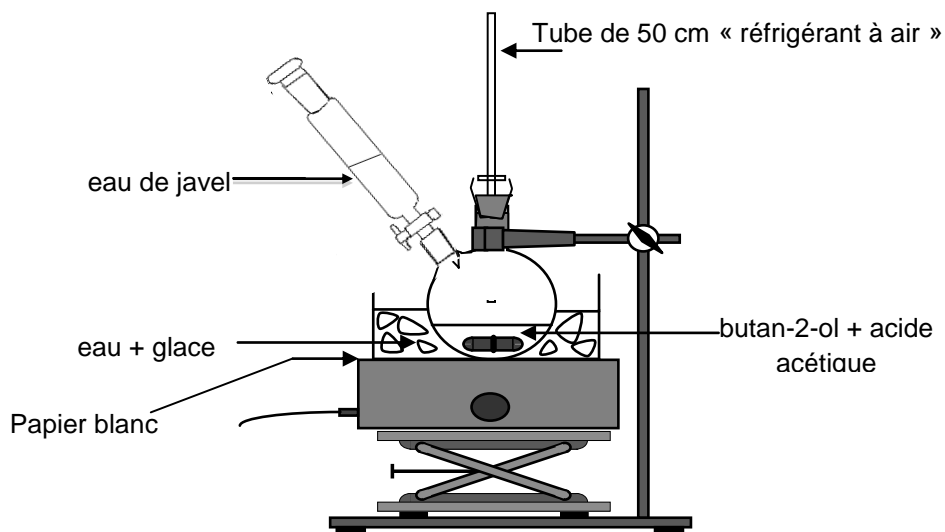
En milieu acide éthanoïque, l'espèce qui oxyde le butan-2-ol est l'acide hypochloreux  $ClOH$ .

Les **couples oxydoréducteurs** intervenant au cours de cette transformation sont :

- $ClOH/Cl^-$
- butanone/butan-2-ol

## IV. 🖐️ MODE OPERATOIRE (!METTRE DES GANTS ET DES LUNETTES !) 🖐️

### 1) Montage expérimental

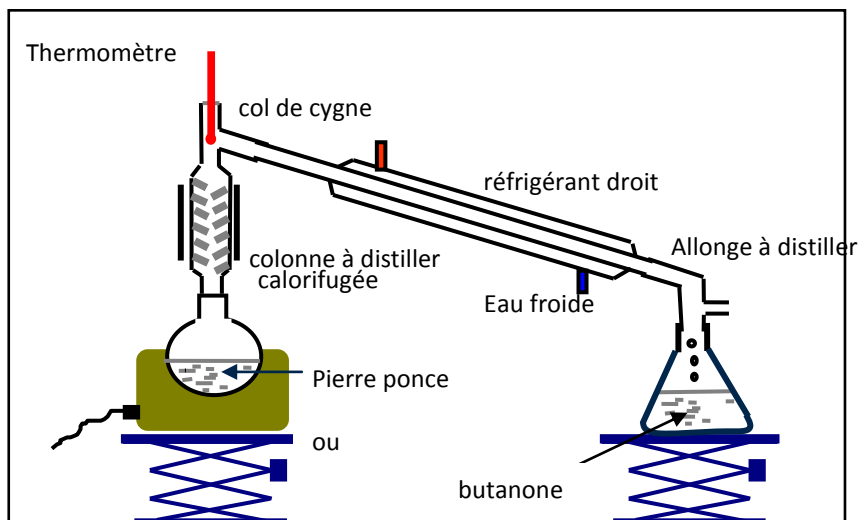


Un tube droit servant de réfrigérant à air est fixé à l'un des cols du ballon et permet d'éviter la dispersion dans l'atmosphère des **vapeurs nocives** d'acide éthanóique et de dichlore. Une ampoule de coulée est adaptée à l'autre col du ballon et permet de verser lentement l'eau de javel dans le mélange butan-2-ol et acide acétique.

#### 1) Mise en place des réactifs et déroulement de la transformation chimique

- 🖐️ Introduire le barreau aimanté dans le ballon puis, sous la hotte, introduire les réactifs :
  - 7,4 g de butan-2-ol,
  - 15 mL d'acide éthanóique pur.
- 🖐️ Fixer le ballon dans le bain de glace et mettre l'agitateur magnétique en fonctionnement.
- 🖐️ Introduire dans l'ampoule de coulée 50 mL d'eau de javel à 48° chloré (ou 67 mL d'eau de Javel à 36° chloré) et faire couler l'eau de javel par fractions de quelques mL. Lorsque la réaction se produit, la solution se décolore. **Attendre la décoloration entre les ajouts.** La durée de cette opération est d'environ 10 minutes.
- 🖐️ Après versement de 50 mL d'eau de Javel, la réaction est parvenue à son avancement maximal. Enlever le cristalliseur et laisser reposer à la température ambiante tout en agitant pendant 3 minutes. Enlever l'ampoule de coulée et la rincer.
- 🖐️ Adapter un entonnoir sur le col latéral et ajouter, par petites quantités, 15 g d'hydrogénocarbonate de sodium ( $\text{NaHCO}_3$ ) en maintenant l'agitation. Lorsque le dégagement gazeux est atténué, enlever le barreau aimanté et introduire quelques grains de pierre ponce.
- 🖐️ **Réaliser la distillation en évitant la surchauffe par action sur le support élévateur afin de maintenir la température au palier d'ébullition de la butanone (80°C).** Le thermostat présente une inertie thermique trop importante pour jouer son rôle rapidement. Une vitesse de distillation de une goutte par seconde est correcte.
- 🖐️ Prélever la fraction de distillat passant entre 75 et 85 °C dans un erlenmeyer.

✎ Sécher le produit obtenu avec une ou deux spatulées de sulfate de magnésium anhydre, décantier, filtrer, puis peser ce produit (dans un erlenmeyer taré) pour déterminer le rendement de la synthèse.



## 2) Caractérisation du groupe carbonyle de la cétone obtenue

✎ Dans un tube à essai, verser 1 mL de solution de D.N.P.H. et y ajouter deux gouttes de butan-2-ol. Agiter le tube à essai et observer.

✎ Refaire la même expérience avec une cétone (l'acétone).

✎ Répéter la même opération avec quelques gouttes du liquide obtenu au cours de cette synthèse. ✎ Conclure.

## 3) Détermination de la température d'ébullition du produit synthétisé

✎ Regrouper les fractions obtenues par les binômes dans un tube à essai et y plonger un thermomètre. Chauffer dans un bain-marie et noter la température d'ébullition.

✎ La comparer à celles qui sont fournies dans les données.

✎ Réinvestir les relations structure-propriétés physiques (liaisons hydrogène) pour interpréter les différences de température d'ébullition entre l'alcool de départ et la cétone obtenue.



**HYPOCHLORITE DE SODIUM EN SOLUTION ...%  
CL ACTIF**

**Danger**

H314 - Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves  
 H400 - Très toxique pour les organismes aquatiques

Nota : Les conseils de prudence P sont sélectionnés selon les critères de l'annexe 1 du règlement CE n° 1272/2008.

231-668-3

*Selon l'annexe VI du règlement CLP.*



**ACIDE ACÉTIQUE... (≥ 90 %)**

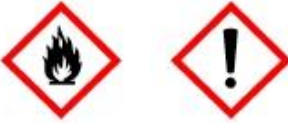
**Danger**

H226 - Liquide et vapeurs inflammables  
 H314 - Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves

Nota : Les conseils de prudence P sont sélectionnés selon les critères de l'annexe 1 du règlement CE n° 1272/2008.

200-580-7

*Selon l'annexe VI du règlement CLP.*

	<b>BUTAN-2-OL</b>
• Pictogramme(s) de danger	
• Mention d'avertissement	: Attention
• Mention de danger	: H226 : Liquide et vapeurs inflammables. H319 : Provoque une sévère irritation des yeux. H335 : Peut irriter les voies respiratoires. H336 : Peut provoquer somnolence ou vertiges.



**BUTANONE**

**Danger**

H225 - Liquide et vapeurs très inflammables  
 H319 - Provoque une sévère irritation des yeux  
 H336 - Peut provoquer somnolence ou vertiges

EUH 066 - L'exposition répétée peut provoquer dessèchement ou gerçures de la peau

Nota : Les conseils de prudence P sont sélectionnés selon les critères de l'annexe 1 du règlement CE n° 1272/2008.

201-159-0

## V. QUESTIONS

### 1) Questions relatives au protocole expérimental

- Pourquoi faut-il ajouter tout doucement l'eau de javel dans le mélange butan-2-ol, acide acétique et refroidir le mélange réactionnel ?
- Quel est le rôle de l'addition d'hydrogénocarbonate de sodium ? Quelle est la nature du gaz qui se dégage ? Comment pourrait-on l'identifier ?
- Expliquer pourquoi la solution avant distillation ne comporte qu'une seule phase en tenant compte des solubilités fournies dans le tableau.

### 2) Rendement de la synthèse

- Etablir le tableau descriptif de l'état du système au cours de la transformation réalisée et montrer que le butan-2-ol est le réactif très légèrement limitant de cette synthèse.
- En déduire la masse maximale de butanone que l'on pourrait obtenir.
- Déterminer le rendement de cette synthèse.

### 3) Interprétation

- Dans les conditions expérimentales de température et de pression, donner l'état physique (solide, liquide ou gazeux) du butan-2-ol et de la butanone. Justifier.
- Ecrire les formules semi-développées du butan-2-ol et de la butanone. En déduire les formules brutes et les masses molaires de ces molécules. Compléter le tableau de données.
- En milieu acide éthanoïque (ou acide acétique), l'ion hypochlorite  $\text{ClO}^-$  se transforme en acide hypochloreux  $\text{ClOH}$ . Ecrire l'équation de la réaction associée à cette transformation chimique et préciser les couples acido-basiques mis en jeu.
- Compléter l'écriture formelle des deux couples oxydant/réducteurs mis en jeu :  $\text{ClOH}/\text{Cl}^-$  et butanone/butan-2-ol, par ajustement des nombres stœchiométriques.



- En déduire l'équation de la réaction qui est associée à la transformation réalisée dans ce TP.