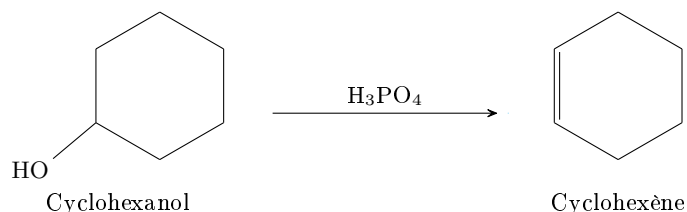


DÉSHYDRATATION DU CYCLOHEXANOL

Nous allons réaliser la déshydratation du cyclohexanol en milieu acide pour former le cyclohexène.



Produits chimiques :

- Cyclohexanol : $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}$; $M = 100,2 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$; $T_{fus} = 23^\circ\text{C}$; $T_{vap} = 161^\circ\text{C}$.
- Acide phosphorique : H_3PO_4 ; $M = 98,0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$.
- Cyclohexène : C_6H_{10} ; $M = 82,2 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$; $T_{fus} = -103,5^\circ\text{C}$; $T_{vap} = 83^\circ\text{C}$.

Manipulation :

1. Lancer le chauffage de l'eau.
2. Introduire dans un ballon : 10 mL de cyclohexanol.
3. Ajouter avec précaution et 5,0 mL d'acide phosphorique H_3PO_4 à 85%.
4. Munir le ballon d'un réfrigérant, et chauffer le ballon et chauffer lentement le mélange jusqu'à ce qu'il commence à bouillir doucement. Après 10 minutes d'ébullition modérée, augmenter suffisamment la chaleur pour provoquer une distillation (la température de la vapeur de distillation ne doit pas dépasser 90°C) et collectez le distillat dans un ballon à fond rond 25 mL en refroidissant dans un bain eau-glace.
5. Transférer le distillat dans une ampoule à décanter, ajouter 5 mL de solution de carbonate de sodium à 10% (Na_2CO_3). Agiter **doucement** le mélange et dégazer régulièrement.
6. Éliminer la phase aqueuse inférieure.
7. Refaire un lavage de la phase organique avec 5 mL de solution saturée de sel.
8. Rassembler les phases organiques dans un erlenmeyer sec de 50 mL et sécher sur du chlorure de calcium CaCl_2 anhydre pendant 10 à 15 minutes avec un couvercle.
9. Introduire le cyclohexène séché dans un ballon de 50 mL muni d'une colonne à distiller, ajouter des pierres ponce. Distiller avec précaution. Recueillir le distillat entre 80 et 85°C . Déterminer la masse de produit récupéré.
10. Utiliser 5 à 10 gouttes de produit dans deux petits tubes à essai et tester la présence de l'alcène avec du dibrome dans le premier tube et du permanganate de potassium dans le second.

Questions :

1. L'aspect du milieu réactionnel évolue-t-il au cours de la réaction ? Pourquoi ?
2. Un réactif est-il introduit en excès ? Si oui, lequel ?
3. Calculer le rendement de la réaction.
4. Calculer le rendement de la dernière distillation.
5. Y a-t-il un changement de couleur au cours de la dernière étape ? Préciser, et proposer une explication. Que met-on en évidence avec ces tests ?

Analyse :

1. Expliquer l'écart des températures de changement d'état entre le cyclohexanol et le cyclohexène.
2. Quel est l'intérêt de la distillation ?
3. D'après les températures d'ébullition du réactif et du produit, quel composé récupère-t-on dans le distillat au cours de la réaction ?
4. En spectroscopie infrarouge, quelles sont les principales différences entre les spectres du réactif et du produit ?
5. Quel est le but de l'étape 5 ?
6. Quel est le but de l'étape 7 ?
7. Quel est le but de l'étape 9 ?