

Nom :

Prénom :

Titre de l'expérience : *Estolyle par transfert de phase : Oxydation du styrène*

Mesures de sécurité

Protocole

- Manipulation qualitative :

Faire les 4 tubes à essai suivant

CH₂Cl₂ : 6 mL
 KMnO₄ : 4 grains
 puis à disposition

CH₂Cl₂ : 6 mL
 KMnO₄ : 4 grains
 Bu₄NHSO₄ : 4 grains
 styrene

H₂O : 3 mL
 CH₂Cl₂ : 3 mL
 KMnO₄ : 4 grains

H₂O : 3 mL
 CH₂Cl₂ : 3 mL
 KMnO₄ : 4 grains
 Bu₄NHSO₄ : 4 grains

- Manipulation quantitative :

- Dans un ballon tricol de 250 mL muni d'un réfrigérant

introduire : 1,25 mL de styrène

- 50 mL d'H₂O
- 1 mL de CH₃COOH
- 8 mL de H₂SO₄ à 50%
- 0,5 g de Bu₄NHSO₄
- 50 mL de CH₂Cl₂

Rq : Lancer en parallèle la
 m réaction sans Bu₄NHSO₄

Destruction des produits – Elimination des déchets¹

¹ Bidons de récupération disponibles : métaux lourds, solvants organiques halogénés, solvants organiques non chlorés, acides, bases

②

Nom :

Prénom :

Titre de l'expérience :

Mesures de sécurité

Protocole

- Ajouter toutes les minutes par portion $\sim 0,5$ g $5,28$ g de $KMnO_4$ en agitant vivement.
- Chauffer à reflux pendant 15 min
- Après réaction vérifier que le pH est < 2 , sinon ajouter de l'acide H_2SO_4 (50% en masse)
- Refroidir le milieu et ajouter doucement par petite portions 3 à 5 g de disulfite de sodium (jusqu'à ce que la solution devienne limpide et incolore).
- Verser le mélange dans un grand à decanter
- Séparer les phases et extraire la phase avec 2 x 20 mL de CH_2Cl_2
- Récupérer les phases et les laver avec 20 mL d' H_2O

Destruction des produits – Elimination des déchets¹

¹ Bidons de récupération disponibles : métaux lourds, solvants organiques halogénés, solvants organiques non chlorés, acides, bases

3

Montage de Chimie

Fiche à compléter par le candidat

Nom :

Prénom :

Titre de l'expérience :

Mesures de sécurité

Protocole

- Verser le ϕ ora dans un erlen, refroidir le milieu et après ajouter 20 mL de NaOH à 1M.
- Séparer les phases et extraire le ϕ orga avec 20 mL de NaOH à 1M. $\Rightarrow$ conserver les ϕ sy regroupées et vérifier le pH
- Acidifier le ϕ sy avec H_2SO_4 à 50% jusqu'à pH ≤ 2
(refroidir avant ajout de l'acide)
- Essorer le solide et le laver avec 10 mL d' H_2O froide
- Peser le solide à l'étuve et peser

m =

considérations IR ~~et~~ ϕ sy et produit

T_f

(T_f théorique = 222°C)

Destruction des produits – Elimination des déchets¹

¹ Bidons de récupération disponibles : métaux lourds, solvants organiques halogénés, solvants organiques non chlorés, acides, bases