

# TRAVAUX PRATIQUES

## Chimie :II B la chimie créatrice

BO p203

### contenus

Passage d'un groupe caractéristique à un autre :quelques exemples au laboratoire et dans l'industrie

### Connaissances et savoir-faire exigibles

Mettre en œuvre au laboratoire une extraction par solvant , un chauffage à reflux , une filtration sous vide , une CCM , une distillation en justifiant du choix du matériel à utiliser. déterminer la valeur du rendement d'une synthèse

## Synthèse de l'hydrobenzoïne à partir du benzile

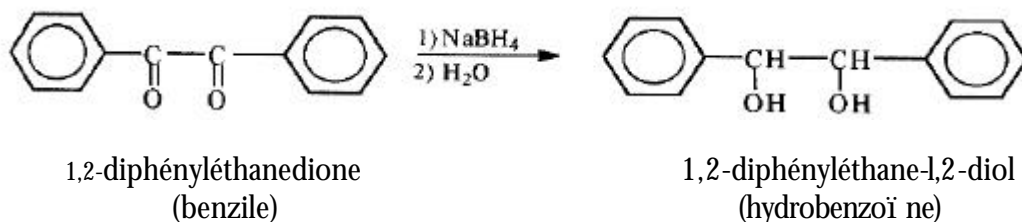
### I. Objectifs

- ↪ Effectuer une réaction de réduction pour passer de la fonction cétone à la fonction alcool, réaction inverse de la réaction d'oxydation ménagée d'un alcool secondaire en cétone.
- ↪ Déterminer le rendement d'une synthèse organique.
- ↪ Réaliser une filtration sous vide.
- ↪ Mesurer une température de fusion avec un banc Kofler ou un tube de Thiele.

### II. Transformation réalisée

La transformation de la 1,2-diphényléthanedione ou benzile en 1,2-diphényléthane-1,2-diol ou hydrobenzoïne est réalisée en utilisant comme réducteur, le tétrahydruroborate de sodium (ou borohydrure de sodium), NaBH<sub>4</sub>.

L'équation de la réaction de réduction associée à cette transformation est :



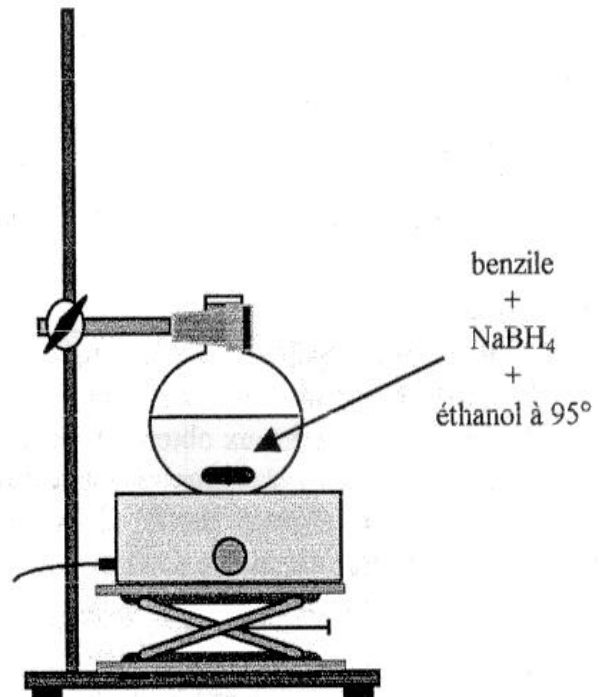
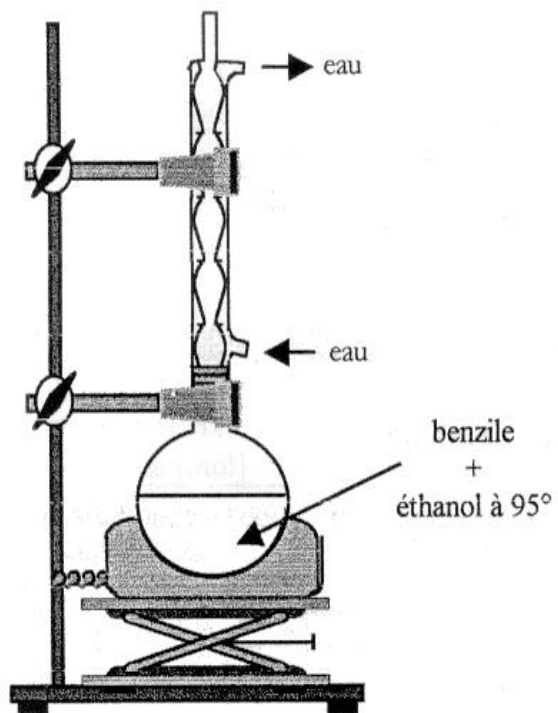
### III. Données

- Benzile : M= 210,23 g.mol<sup>-1</sup>;  $\theta_{\text{fus}}$  = 94-95 °C sous 1,013 bar ; R : 36 , S : 26-36.
- Hydrobenzoïne : M= 214,27 g.mol<sup>-1</sup>;  $\theta_{\text{fus}}$  = 137-139 °C sous 1,013 bar.
- Tétrahydruroborate de sodium: R: 14/15-34 , S : 7/8-26-36/37/39-45

### Question préliminaire

**Chercher la signification des codes R et S et en déduire les conditions de sécurité à respecter lors de la manipulation de ces espèces.**

#### IV. Dispositif expérimental utilisé



## V. Manipulation

### a. Réduction

- Introduire dans le ballon rôdé parfaitement sec de 250 mL, un turbulent, 2 g de 1,2-diphényl-éthanedione (benzile) avec un entonnoir à solide et 25 mL d'éthanol à 95° avec une éprouvette graduée.
- Mettre le ballon dans le chauffe-ballon et lui adapter un réfrigérant à boules. Chauffer doucement le mélange jusqu'à dissolution du benzile.
- Laisser refroidir à température ambiante après avoir enlevé le chauffe-ballon. La solution étant refroidie, enlever le réfrigérant et placer un agitateur magnétique sous le ballon..
- Ajouter 0,4 g de tétrahydruroborate de sodium, NaBH<sub>4</sub>, en poudre et agiter à température ambiante pendant 10 minutes. La solution initialement jaune doit se décolorer.

### b. Hydrolyse

Ajouter 30 mL d'eau distillée puis porter le mélange réactionnel à reflux pendant 5 minutes.

### c. Isolement du produit

Laisser refroidir, puis ajouter 60 mL d'eau distillée glacée dans le ballon.

Verser le contenu du ballon dans un becher parfaitement propre.

Attendre la cristallisation dans un bain : eau + glace pilée.

Filtrer la solution froide sur un Büchner et rincer les cristaux avec un peu d'eau glacée, puis les essorer.

Essorer au maximum le solide obtenu entre des feuilles de papier filtre.

Terminer le séchage des cristaux à l'étuve réglée à  $\theta = 90$  °C.

Peser les cristaux obtenus.

### d. Tests complémentaires et identification

- *Dissoudre, dans un tube à essai contenant environ 2 mL d'alcool à 95°, une pointe de spatule de 1,2-diphényléthanedione ou benzile. Ajouter quelques gouttes de la solution obtenue dans un tube à essai contenant 2 mL de solution de 2,4-dinitrophénylhydrazine, notée D.N.P.H. et agiter le tube. Observer et conclure.*
- *Dissoudre, dans un tube à essai contenant environ 2 mL d'alcool à 95°, une pointe de spatule du produit synthétisé. Ajouter quelques gouttes de la solution obtenue dans un tube à essai contenant 2 mL de solution de D.N.P.H. et agiter le tube. Observer et conclure.*
- *Mesurer la température de fusion des cristaux obtenus à l'aide d'un banc Kofler ou d'un tube de Thiele.*

## VI. Résultats expérimentaux

a. Donner la masse de 1,2-diphényléthane-1,2-diol obtenu

:  $m =$  \_\_\_\_\_ g

b. Donner la température de fusion des cristaux synthétisés :  $t_{fus} =$  \_\_\_\_\_ °C

## SYNTHESE D'UNE *CETONE* À PARTIR D'UN ALCOOL

**TECHNIQUES MISES EN JEU :**

**Montage chauffage à reflux , décantation , lavage , cristallisation  
filtration sous vide , séchage à l'étuve, point de fusion**

<i>MATÉRIEL</i>	<i>PRODUITS</i>
Agitateur magnétique avec turbulent	<b>Benzile :1.2-diphényl-éthanedione</b> <i>100g 686F MERCK EUROLAB</i>
Eprouvettes graduées de 100ml	<b>Ethanol à 95°</b> <i>1L 32F PIERRON</i>
Montage de chauffage à reflux avec réfrigérant avec ballon et chauffe-ballon	<b>Tétrahydruoborate de sodium</b> <i>100g (poudre) prix 291.85FF (fisher scientific labosi)</i> <i>250g (comprimés) 84.4F PIERRON</i>
Filtre büchner	<b>DNPH</b>
Valet	<i>25 g 90F JEULIN</i>
Support élévateur	
Balance avec capsule de pesée	
Pierre ponce ou billes de verre	
Bain d'eau glacé	
Graisse pour verrerie rôdée	
Spatule	
Tige aimantée pour récupérer le turbulent	
Etuve	
Banc Köfler	

**commentaires**

Cette synthèse peut se faire en moins de deux heures, elle se mène aisément sachant que l'on emploie du Na BH<sub>4</sub> avec lequel il faudra être prudent

On obtient un « beau » produit facilement identifiable avec les test complémentaires ,le point de fusion est conforme à celui annoncé et le rendement vers 60%