

Questions préliminaires

Q1. La transformation se focalise sur le carbone portant le groupe hydroxyle ; elle s'accompagne d'une diminution du nombre de H , pour un carbone , on observe l'augmentation du nombre de liaison C – O : il s'agit d'une **OXYDATION**

Quelques exemples d'agents oxydant sont indiqués ci-dessous :

OXYDANTS
• À base d'oxygène : O₂ (dioxygène), O₃ (ozone), H₂O₂ (peroxyde d'hydrogène), RCOOOH (peracides). • À base de chrome au no +VI : CrO₃ (trioxyde de chrome ou anhydride chromique), HCrO₄⁻ (ion hydrogénochromate), Cr₂O₇²⁻ (ion dichromate). • À base de manganèse : MnO₄⁻ (ion permanganate), MnO₂ (dioxyde de manganèse). • À base de chlore : ClO⁻ (ion hypochlorite).

Q2. Premier protocole

L'acide acétique glacial désigne simplement l'acide acétique (acide éthanoïque) **pur** ; le terme « glacial » vient de l'impression de froid que l'on peut avoir lors de la manipulation de ce liquide .

S'appropriier ...

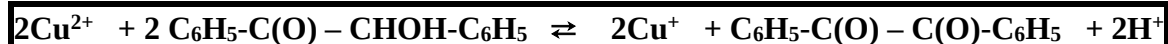
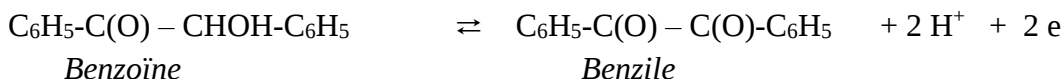
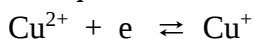
La détermination de la quantité minimale d'acétate de cuivre suppose de connaître la stoechiométrie de la réaction d'oxydation , c'est-à-dire de connaître **l'équation bilan de la réaction** .

Bien analyser : l'acétate de cuivre (Cu²⁺ , CH₃COO⁻) et plus précisément le cuivre au degré d'oxydation + II est l'oxydant .

Autre remarque : la méthode la plus sûre pour écrire l'équation bilan d'une réaction redox consiste à passer par les demi-équations redox des 2 couples redox mis en jeu .

Réaliser

① Equation bilan de la réaction redox



② Quantité d'acétate de cuivre

Compte tenu de la stoechiométrie , on a **$n_{\min}(\text{Cu}^{2+}) = 2 n(\text{benzoïne})$**

Par ailleurs , la quantité minimale correspond à une réaction totale , c'est-à-dire une réaction dont le rendement est de 100% . On a alors $n_{\min}(\text{Cu}^{2+}) = 2 n(\text{benzile})$

En conclusion $m_{\min} = 2 \frac{M_{\text{Cu}}}{M_{\text{benzile}}} m(\text{benzile})$

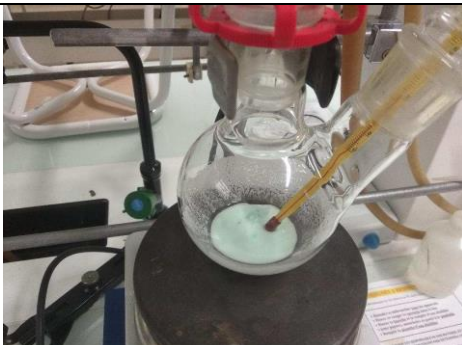
$m_{\min} = 5,7 \text{ g}$

Première phase pratique : synthèse du benzile

Calcul des quantités de matière introduite : UTILISER les QUANTITES PRECISES PRELEVEES

réactif	Benzoïne	$\text{Cu}(\text{AcO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	NH_4NO_3	
Quantité introduite	3,00 g	0,01 g	2,00 g	
caractéristiques	Pureté non indiquée $M = 212,25 \text{ g mol}^{-1}$	Pureté non indiquée $M = 199,65 \text{ g mol}^{-1}$	Pureté non indiquée $M = 80,0 \text{ g mol}^{-1}$	
n_i (mol)	$1,50 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$	$5,00 \cdot 10^{-5} \text{ mol}$	$2,50 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$	

Protocole expérimental :

1. Dans un ballon bicol, introduire successivement la benzoïne, l'acétate de cuivre, le nitrate d'ammonium et l'acide acétique Placer ce ballon dans un montage qui permettra un chauffage à reflux : réfrigérant à boules + thermomètre	
2. Porter le mélange à reflux et maintenir l'agitation pendant 30 minutes. Le milieu devient de plus en plus limpide et prend une couleur verte. La température s'est stabilisée à 112°C	
3. Laisser le milieu réactionnel revenir à température ambiante, le transvaser dans un erlenmeyer et le placer dans un bain de glace ► On obtient une pâte au bout de 15 minutes	 
4. Isoler le solide par filtration sous vide sur Büchner. Le rincer à l'aide d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium.	 
5. Sécher le solide	
Masse recueillie	$m = 2,7 \text{ g}$

Calcul du rendement

$M(\text{benzoïne}) = 3,0 \text{ g}$ $n(\text{benzoïne}) = 0,014$ $m_{\max}(\text{benzile}) = 2,97 \text{ g}$ soit un **rendement de 90 %**

Analyse du protocole expérimental

► On peut noter que la quantité d'acétate de cuivre utilisée est nettement inférieure à celle qui a été calculée . On peut dire qu'il est introduit en **quantité catalytique** .

Pour qu'il puisse jouer le rôle d'oxydant , il faut donc envisager un cycle catalytique au cours duquel il serait régénéré ...d'où la question suivante ..

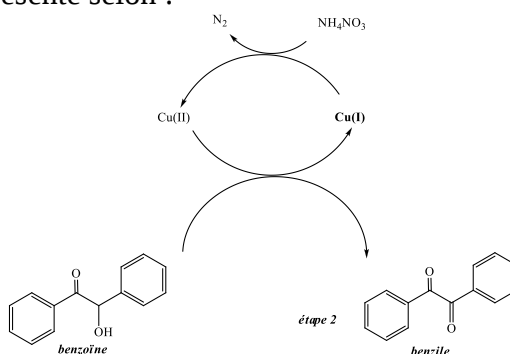
Il faut pour cela dans le milieu un autre oxydant susceptible de régénérer Cu (+ II) à partir de sa forme réduite Cu (+I)

Q4. Le nitrate d'ammonium est la seule autre espèce introduite dans le milieu ... il est la source de l'agent oxydant .

Plus précisément , l'ion nitrate est connu pour ses propriétés oxydantes , il est associé au couple redox



Le cycle catalytique peut être représenté selon :

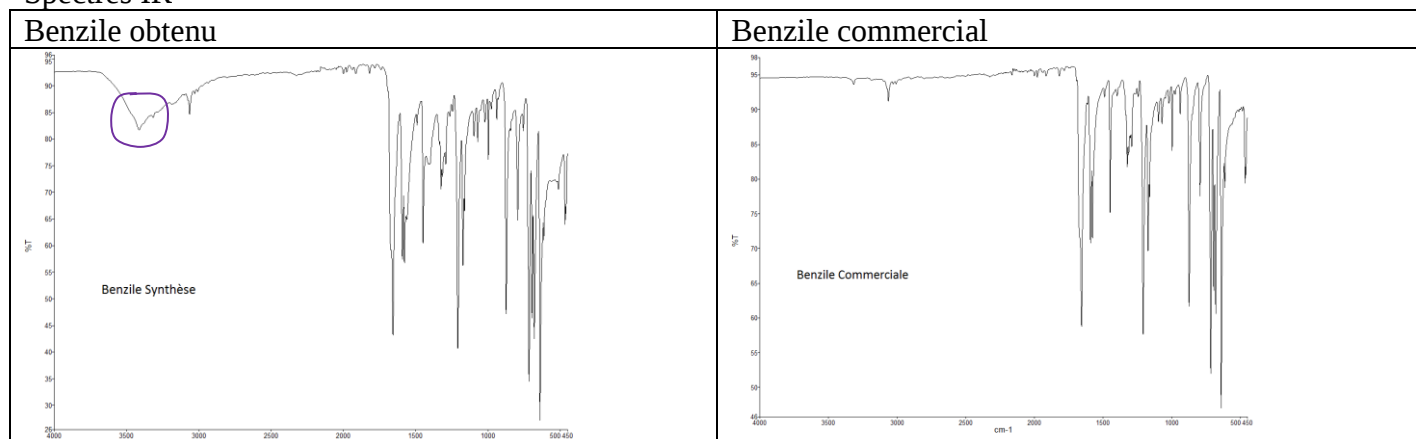


Q5 . La réduction considérable de la quantité d'acétate de cuivre toxique est assurément un plus pour le nouveau protocole .

Q6. La solution aqueuse d'hydrogencarbonate est basique , elle permet d'éliminer les restes d'ammonium NH_4^+ (acide) introduit en large excès .

Deuxième phase pratique : Analyse et contrôle de la pureté du produit obtenu :

Spectres IR



Bonne corrélation entre spectres du benzile commercial et synthétisé

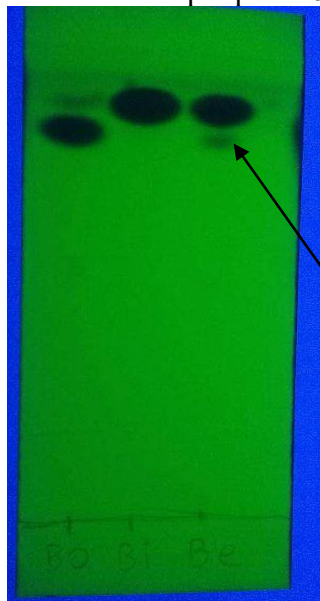
.....Mais

la poudre de benzile obtenue contient des impuretés ; il peut s'agir d'eau , ce qui permet de conclure que le séchage n'a pas été suffisant .

Mesure du point de fusion sur banc Köfler $T_f = 97^\circ\text{C}$
Valeur tabulée $T_f = 95^\circ\text{C}$

Analyse par CCM

L'allure de la plaque obtenue est la suivante :



BO : Benzoïne commerce
BI : Benzile commerce
Be : Benzile obtenu

Cette plaque CCM permet de confirmer que le produit formé est bien du benzile , ce que l'IR avait déjà permis de conclure .

Elle montre aussi que dans le produit brut il reste de la benzoïne .
Aussi , une étape de purification s'avère nécessaire .