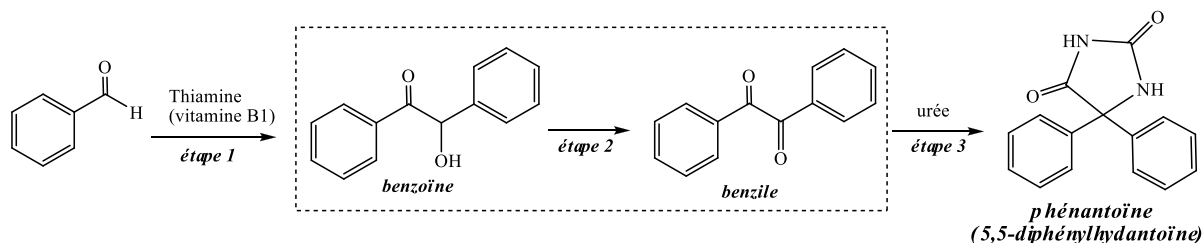


TP 3 : Chimie organique 1

Obtention du benzile à partir de benzoïne ; une étape dans la synthèse de la phénantoïne

La phénantoïne est utilisée dans le traitement de l'épilepsie, elle est synthétisée à partir du benzaldéhyde en trois étapes décrites dans le schéma réactionnel suivant.



L'étape 2 fait l'objet de ce TP.

Questions préliminaires

Q1. Quelle est la nature de la transformation de la benzoïne en benzyle ? Proposer des réactifs usuels permettant de la réaliser.

Q2. Un premier protocole datant de 1948 suggère de traiter la benzoïne par de l'acétate de cuivre ($\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2$) dans l'acide acétique glacial.

Que signifie « acide acétique glacial » ?

Quelle quantité minimale d'acétate de cuivre est nécessaire à l'obtention de 3 g de benzyle ?

Première phase pratique : synthèse du benzile.

Mettre en œuvre le protocole expérimental suivant.

- Dans un ballon bicol introduire 3g de benzoïne, 0,01g d'acétate de cuivre, 2 g de nitrate d'ammonium et 6g d'acide acétique glacial.
- Porter le mélange réactionnel au reflux sous agitation et laisser agiter au moins 30 minutes. Contrôler la température.
- Laisser le milieu réactionnel revenir à température ambiante, le transvaser dans un erlenmeyer et placer enfin ce dernier dans un bain d'eau froide puis un dans un bain de glaceun solide devrait précipiter.
- Isoler le solide et le rincer à l'aide d'une solution aqueuse saturée d'hydrogénocarbonate de sodium.
- Sécher le solide avec du papier filtre puis dans l'étuve à 80°C jusqu'à masse constante.
- Evaluer le rendement en produit brut.

Analyse du protocole proposé

Q3. Commenter les quantités de matière des réactifs.

Q4. Donner une représentation schématique des réactions se produisant dans le milieu en faisant apparaître un cycle catalytique.

Q5. Comparer le protocole expérimental utilisé à celui proposé en 1948 . Est il acceptable dans le cadre de la chimie verte ?

Les 12 principes de la chimie verte sont rappelés en annexe.

Q6. Préciser l'intérêt du lavage à l'hydrogénocarbonate de sodium.

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

Réaliser le spectre IR du produit brut , l'analyser et le comparer aux spectres fournis pour le benzaldéhyde et le benzile commerciaux .

Mesurer le point de fusion du produit séché .

Réaliser une chromatographie sur couche mince (benzaldéhyde , benzile commercial et produit) avec pour éluant un mélange cyclohexane / acétate d'éthyle .

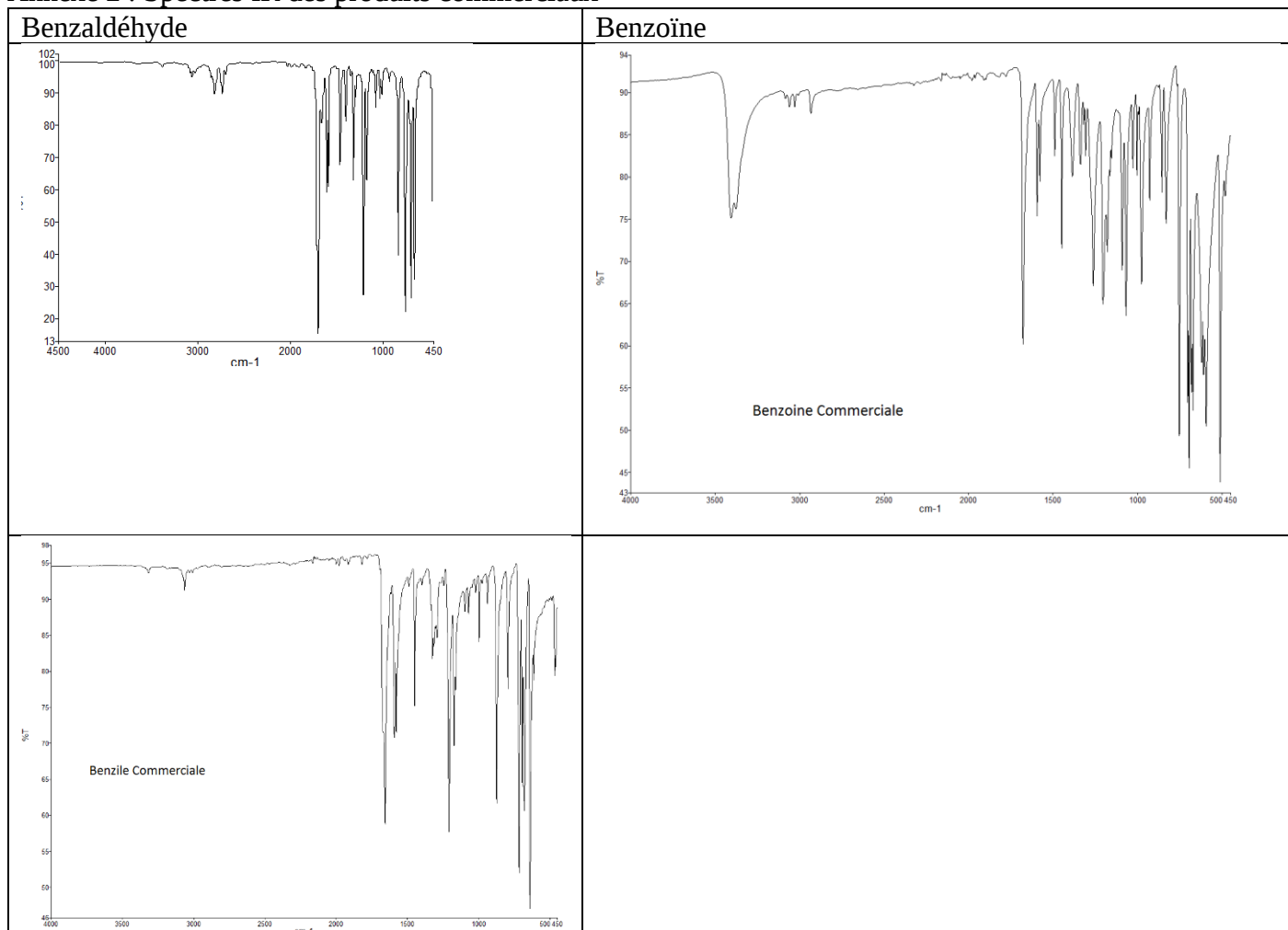
Commenter l'allure de la plaque et le choix de l'éluant.

Conclure sur la nécessité ou non de procéder à une étape de purification .

Annexe 1 :

Acétate de cuivre monohydraté	M = 199,65 g.mol ⁻¹ Soluble dans l'eau	 	R 22
Acide acétique glacial	M = 60,05 g.mol ⁻¹	 	R10-35 S 23-2-26-45
Benzile	M = 210,24 g.mol ⁻¹ t _f = 95°C Insoluble dans l'eau Soluble dans l'acide acétique Soluble dans l'éthanol		R 36/37/38 S 26-36
Benzoïne	M = 212,25 g.mol ⁻¹ t _f = 133 °C Peu soluble dans l'eau Soluble dans l'acide acétique Soluble à chaud dans l'éthanol		
Acétate d'éthyle	M = 88,11 g.mol ⁻¹ T _e = 77 °C	 	R 11-36-66-67 S 16-26-33
Ether de pétrole		   	R 11-38-51-53-65-67 S 61-62

Annexe 2 : Spectres IR des produits commerciaux



Annexe 3 : les 12 principes de la chimie verte

