



Réduction de la benzoïne

Reflux + Séchage à l'étuve + Recristallisation + Température de fusion + CCM

Cétolisation de l'acétone (montage de démonstration)

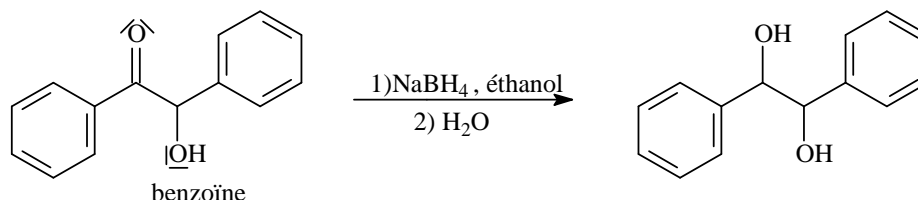
Extracteur de Soxhlet

 La blouse et les lunettes de protection seront portées pendant toute la durée de la séance.

1. Réduction de la benzoïne

1.1. Principe

La réaction est la suivante :



- ✓ Combien de stéréoisomères de configuration correspondent à la formule topologique de l'hydroxybenzoïne (produit) ?

1.2. Manipulation

- Introduire 6 g de benzoïne et 60 mL d'éthanol absolu (dont une partie sert à rincer la capsule de pesée et l'entonnoir à solide) dans un ballon tricol de 250 mL équipé en vue d'un montage à reflux. Agiter le mélange jusqu'à dissolution.
- **Attention** : la réaction que vous allez réaliser est très exothermique ! Introduire **en 5 minutes, par petites quantités**, 1,2 g de tétrahydruroborate de sodium (ou borohydrure de sodium). Refroidir éventuellement avec un bain d'eau froide si la température dépasse 45°C. A la fin de l'introduction, utiliser environ 5 mL d'éthanol pour rincer l'entonnoir à solide.
- Maintenir sous agitation magnétique, à température ambiante, pendant 30 min une fois l'introduction d'hydrure achevée.

Que faire pendant les 30 minutes d'agitation ?

Phase décisive aux concours qui fera la différence entre les candidats.

Par exemple, identifier le réactif limitant.

- Refroidir le milieu réactionnel à l'aide d'un bain d'eau glacée et le maintenir jusqu'à l'étape ultérieure où il faudra rajouter de l'eau glacée.
- Ajouter, à l'aide de l'ampoule de coulée isobare, 60 mL d'eau glacée (**refroidie préalablement**). Ajouter ensuite, toujours à l'aide d'une ampoule de coulée isobare, goutte à goutte, 12 mL d'acide chlorhydrique à 2 mol L⁻¹.

A quoi servent ces ajouts de solutions aqueuses ?

- Vérifier que le pH du milieu est acide.

Comment utilise-t-on le papier pH ?

- Dans le cas contraire, rajouter goutte à goutte 1 mL d'acide chlorhydrique, vérifier le pH ; renouveler l'opération si nécessaire jusqu'à obtenir un pH acide.
- Ajouter enfin 30 mL d'eau glacée et laisser cristalliser dans un bain eau-glace, recueillir les cristaux.
- Laver le solide à l'eau glacée jusqu'à neutralité du filtrat (**comment le vérifier ?**), essorer les cristaux soigneusement.
- Peser les cristaux obtenus, soit m_1 leur masse.
- Diviser cette masse en deux parties : une partie (noter la masse m_2) doit être purifiée. Le reste (masse m_3) est mis à sécher à l'étuve ($\theta = 100^\circ\text{C}$).
- Recristalliser dans un mélange eau-éthanol (rapport 3/2), la masse m_2 dans un erlenmeyer sera mouillée. On pourra introduire d'emblée 10 mL de solvant puis régler le volume au minimum nécessaire à chaud.
- Les cristaux purifiés seront rincés, après essorage, avec 20 mL d'éther de pétrole froid.
- Sécher le produit recristallisé à l'étuve ($\theta = 100^\circ\text{C}$).

1.3. Contrôle de la pureté

- ✓ Température de fusion de l'hydroxybenzoïne brute.
- ✓ Chromatographie sur couche mince : dépôts de benzoïne (solution à 2 % en masse), d'hydroxybenzoïne commerciale, d'hydroxybenzoïne brute et recristallisée (solution à 5 % en masse),
 - Plaque : gel de silice,
 - Solvant : acétone,
 - Eluant : cyclohexane/acétate d'éthyle (1/1),
 - Révélation : lampe U.V.

2. *Compte-rendu*

- Pour les différents composés (réactifs et produits), faire le bilan des quantités de matière introduites.
- Faire un schéma annoté du montage.
- Déterminer le rendement de la synthèse.
- Reproduire la plaque CCM après révélation, calculer les rapports frontaux. Commenter le résultat.
- Evaluer la pureté du produit synthétisé grâce aux résultats des mesures effectuées.

3. *Informations sur les techniques*

Sur le site internet, vidéos disponibles sur les techniques :

- CCM
- Point de fusion
- Recristallisation

4. *A la fin de la séance*

- Evacuation des liquides organiques dans la poubelle à solvants organiques adaptées.
- La paillasse doit être lavée et remise dans l'état dans lequel elle a été trouvée en arrivant.
- Se laver les mains.

	Compétences	Elève	Professeur : A (très bien) à D (non acquis) + Commentaires / Remarques	
S'approprier	<ul style="list-style-type: none"> Rechercher, extraire, organiser l'information en lien avec la situation Enoncer une problématique Définir les objectifs 			
Analyser	<ul style="list-style-type: none"> Formuler une hypothèse Proposer une stratégie pour répondre à une problématique Proposer une modélisation Choisir, concevoir ou justifier un protocole/dispositif expérimental Evaluer l'ordre de grandeur d'un phénomène et ses variations 			
Réaliser	<ul style="list-style-type: none"> Evoluer avec aisance dans l'environnement du laboratoire Suivre un protocole Respecter les règles de sécurité Utiliser le matériel ou l'outil informatique de manière adaptée Organiser son poste de travail Effectuer des mesures avec précision Reporter un point sur une courbe ou dans un tableau Effectuer un calcul simple 			
Valider	<ul style="list-style-type: none"> Exploiter et interpréter des observations ou des mesures Utiliser les symboles et unités adéquats Vérifier un résultat obtenu Valider ou infirmer une information, hypothèse, propriété ou loi Analyser des résultats de façon critique Proposer des améliorations de la démarche ou du modèle Utiliser du vocabulaire de la métrologie 			
Communiquer	<ul style="list-style-type: none"> Utiliser les notions et le vocabulaire scientifique adapté Présenter, formuler une proposition, une argumentation ou une conclusion de manière cohérente, complète et compréhensible 			
Être autonome, Faire preuve d'initiatives	<ul style="list-style-type: none"> Travailler seul, prendre des initiatives Analyser ses difficultés et demander une aide pertinente Travailler vite 			