

RÉDUCTION DE L'ACÉTOPHÉNONE

I. But de la séance

L'acétophénone Ph-CO-CH_3 , présente dans certains fruits (pomme, abricot, banane), est aussi utilisée comme précurseur de polymères (associée au méthanal) et entre dans la composition d'arômes ou parfums synthétiques (cerise, jasmin, ...). Le 1-phényléthan-1-ol est un alcool que l'on trouve dans l'arôme de myrtille. C'est un précurseur du styrène et du polystyrène.

On désire réaliser la réduction de l'acétophénone Ph-CO-CH_3 par le tétrahydruoborate de sodium. Le 1-phényléthan-1-ol brut obtenu sera isolé et des méthodes pour contrôler sa pureté et le purifier seront discutées.

Données :	T_{fus}	$T_{\text{éb}}$ (sous 760 mmHg)	$T_{\text{éb}}$ (sous 18 mmHg)	$T_{\text{éb}}$ (sous 10 mmHg)	Indice de réfraction n_D à 20°C
Acétophénone	20,5°C	202°C	-	79°C	1,5372
1-phényléthan-1-ol	20°C	203°C	100°C	87°C	1,5272

II. Synthèse du 1-phényléthan-1-ol

1) Etape de réduction

Dans un ballon bicol de 250 mL muni d'un réfrigérant et d'une ampoule de coulée isobare, introduire 1,5 g de borohydrure de sodium et 9 mL d'éthanol à 95%. Refroidir le mélange sous agitation avec un bain d'eau froide (ajouter un ou deux glaçons). Tout en maintenant l'agitation, additionner lentement un mélange de 6,0 g d'acétophénone ($M = 120,15 \text{ g.mol}^{-1}$, $d = 1,028$) et 2 mL d'éthanol à 95% par l'ampoule de coulée isobare. Laisser sous agitation 15 minutes après la fin de l'addition.

2) Traitement du milieu réactionnel et isolement du phényléthanol brut

Préparer 40 mL d'eau glacée dans un bécher de 200 mL et y verser lentement le mélange réactionnel. Ajouter **lentement** et sous agitation, 30 mL d'acide chlorhydrique à 2 mol.L^{-1} ; observer le dégagement gazeux. Vérifier que le pH est acide en fin d'addition. Extraire le mélange 2 fois avec 30 mL d'éther. Réunir les phases organiques puis les laver avec 30 mL d'eau. Sécher la phase organique sur sulfate de magnésium anhydre. Filtrer dans un ballon monocol préalablement taré, puis évaporer le solvant à l'évaporateur rotatif. Peser le produit brut.

III. Caractérisation et purification du 1-phényléthan-1-ol brut obtenu

1) Rappeler oralement le principe de la technique d'analyse par CCM. Dans quel cas peut-on révéler avec un rayonnement UV ? Quel est l'intérêt du produit fluorescent déposé sur la CCM ?

2) Proposer deux méthodes précises pour contrôler la pureté du 1-phényléthan-1-ol brut obtenu.

APPELER LE PROFESSEUR AVANT D'EFFECTUER LES MANIPULATIONS.

3) Proposer oralement une méthode pour purifier le 1-phényléthan-1-ol brut obtenu. Dresser la liste du matériel nécessaire (faire un schéma annoté si nécessaire).

APPELER LE PROFESSEUR.

IV. Compte-rendu

1) Remplir le tableau suivant :

	$M \text{ (g.mol}^{-1}\text{)}$	Masse (g)	Volume (mL)	$n \text{ (mol)}$
NaBH_4				
acétophénone				
1-phényléthan-1-ol				

2) Calculer le rendement en produit brut.

3) Analyse du traitement du milieu réactionnel :

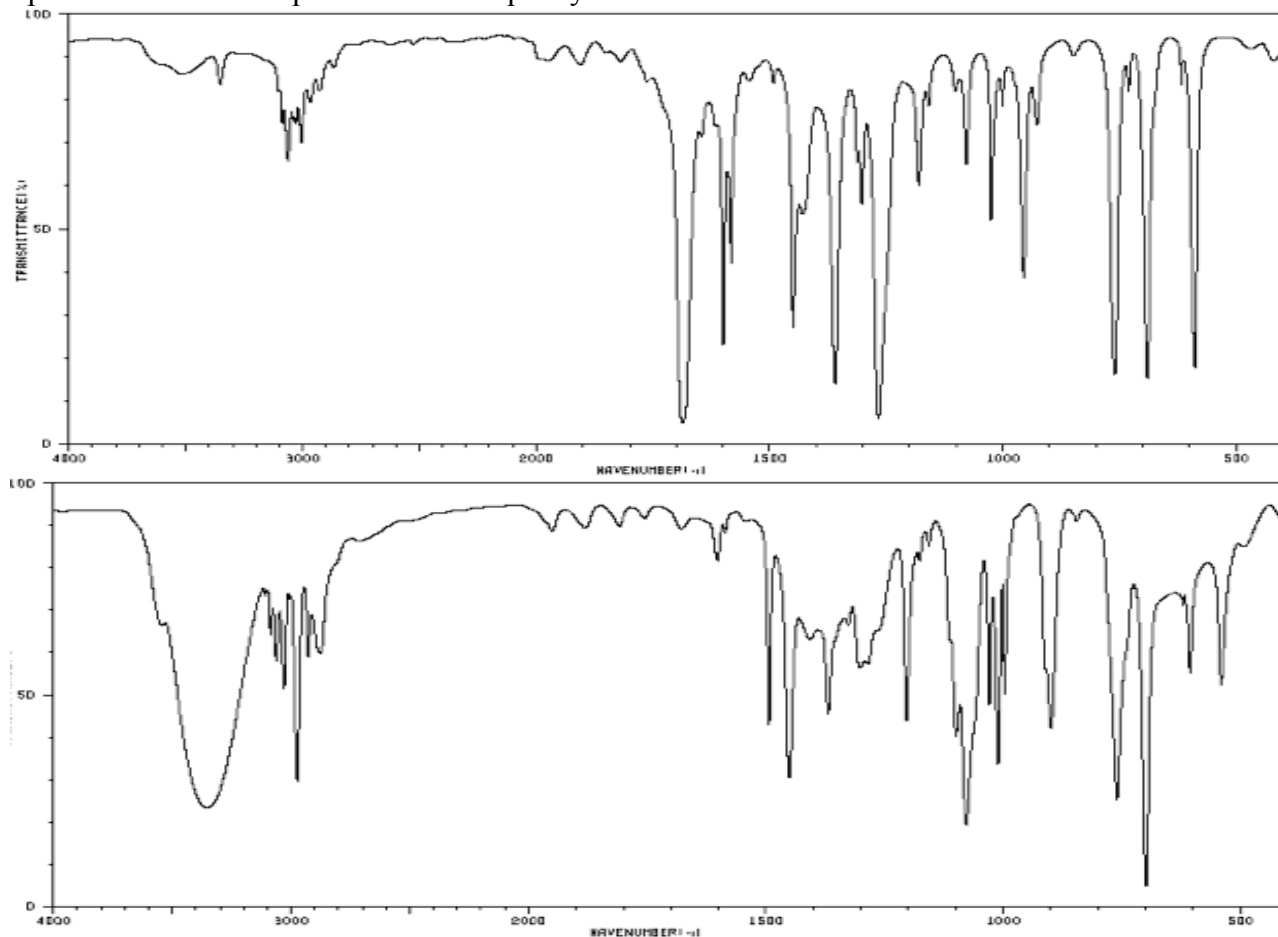
- Identifier le gaz formé lors de l'hydrolyse en présence d'acide chlorhydrique. Justifier.
- Quel est le rôle du bain d'eau froide ?
- Quel est l'intérêt du lavage des phases organiques avec 30 mL d'eau ?

4) Donner et commenter les résultats obtenus lors de la caractérisation du phényléthanol brut obtenu. Proposer, si nécessaire, une amélioration de la synthèse.

5) Les spectres IR et RMN du 1-phényléthanol-1-ol et le spectre IR de l'acétophénone Ph-CO-CH_3 sont fournis en fin d'énoncé. Les interpréter.

ANNEXE :

Spectres IR de l'acétophénone et du 1-phényléthanol-1-ol :



Spectre RMN ^1H à 90 MHz du 1-phényléthanol-1-ol dans CDCl_3 :

