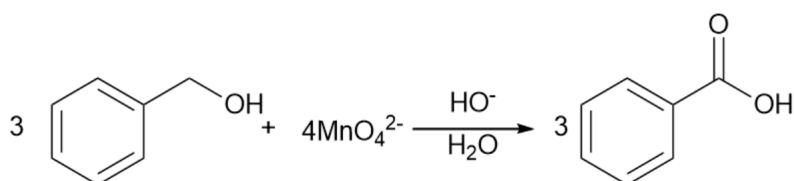


TP 6 : Synthèse organique

Oxydation totale de l'alcool benzylique par le permanganate de potassium

I Description

Dans ce TP on réalise l'oxydation de l'alcool benzylique selon le schéma réactionnel :



II Protocole








Réaliser un montage à reflux avec un ballon bicol de 250 mL contenant 1,5 mL d'alcool benzylique, 30 mL de solution de soude à $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ et une olive aimantée. Adapter une ampoule de coulée contenant 100 mL de solution aqueuse de permanganate de potassium de concentration $0,2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. Chauffer de manière à obtenir une ébullition douce puis ajouter la solution de permanganate de potassium. Continuer encore de chauffer pendant environ 25 minutes. Introduire ensuite de l'éthanol à 95° jusqu'à disparition de la teinte violacée. Laisser refroidir le brut réactionnel puis le filtrer sur Büchner (utiliser deux papiers filtres). Récupérer le filtrat et laver le solide avec 40 mL de cyclohexane. Récupérer la phase aqueuse et la placer dans un bain eau/glace. Ajouter de l'acide chlorhydrique concentré ($5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$) jusqu'à obtenir un pH voisin inférieur à 3. Essorer le solide sur Büchner et le laver avec un minimum d'eau glacée. Recristalliser ensuite l'acide benzoïque dans l'eau. Sécher l'acide benzoïque purifié à l'étuve et le caractériser par mesure de point fusion. Réaliser une CCM avec les dépôts adéquats en utilisant un mélange cyclohexane/acétone 2 :1.

NB : Selon le temps disponible, il peut être intéressant de caractériser le produit avant et après recristallisation.

III Questions

- 1) La réaction est une réaction d'oxydo-réduction et les couples engagés sont $\text{C}_7\text{O}_2\text{H}_6/\text{C}_7\text{OH}_8$ et $\text{MnO}_4^-/\text{MnO}_2$. Déterminer l'équation de la réaction.
- 2) Justifier l'utilité d'ajouter de l'éthanol à la fin de la réaction.
- 3) Préciser l'utilité des différentes étapes dans le traitement aqueux et donner les équations des réactions qui se produisent.
- 4) Expliquer le principe de la recristallisation.

IV Fiches toxicologiques

<p>Cyclohexane H225, H304, H315, H336, H410 Liquide incolore, volatil d'odeur âcre. $M = 84,26 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d = 0,78$ $T_f = 7 \text{ }^\circ\text{C}$ $T_E = 81 \text{ }^\circ\text{C}$</p>	
<p>Alcool benzylique H302, H332 Liquide sirupeux, incolore à l'odeur douce et aromatique $M = 108,13 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d = 1,045$ $T_f = -15,3 \text{ }^\circ\text{C}$ $T_E = 205,3 \text{ }^\circ\text{C}$</p>	
<p>Acide benzoïque H315 H318 H372 Solide blanc à l'odeur caractéristique $M = 122,12 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $T_F = 122 \text{ }^\circ\text{C}$ Solubilité dans l'eau $3,5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ à 25°C</p>	
<p>Solution d'hydroxyde de sodium H314 Solution incolore et inodore $M = 40,0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ T_E qui dépend de la concentration Densité qui dépend de la concentration</p>	
<p>Solution de permanganate de potassium H315, H319, H411 Solution violette inodore $M = 158,034 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $T_E = 100 \text{ }^\circ\text{C}$ $d = 1,01$</p>	
<p>Ethanol H225, H318, H336 Liquide incolore, volatil, d'odeur agréable (produit pur). $M = 46,07 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d = 0,789$ $T_f = -114 \text{ }^\circ\text{C}$ $T_E = 78,3 \text{ }^\circ\text{C}$ $n_D^{20} = 1,3611$ Miscible à l'eau</p>	
<p>Acide chlorhydrique concentré H314, H335 Liquide incolore à jaune clair à l'odeur piquante $M = 36,46 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d = 1,19$ $T_f = -30 \text{ }^\circ\text{C}$</p>	
<p>Propanone (Acétone) H225, H319, H336, EUH066 Liquide incolore et volatil $M = 58,08 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d = 0,783$ $T_f = -94,6 \text{ }^\circ\text{C}$ $T_E = 56,1 \text{ }^\circ\text{C}$</p>	