

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 1,0 mL d'alcool benzylique, 20 mL de solution de soude à $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ et une olive aimantée. Adapter une ampoule de coulée contenant 70 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 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

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