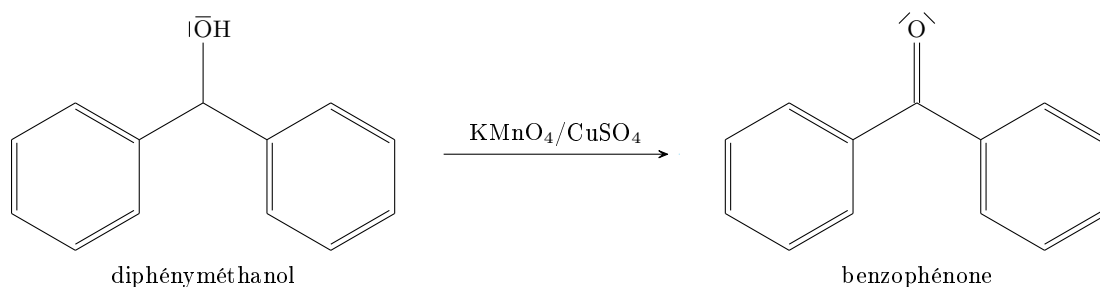


OXYDATION DU DIPHÉNYLMÉTHANOL EN BENZOPHÉNONE

Nous allons réaliser l'oxydation d'un alcool secondaire en cétone. L'originalité de ce protocole est de réaliser cette réaction sans solvant. Les solvants couramment utilisés en synthèse organique sont généralement dangereux pour l'environnement. S'affranchir de solvant, c'est donc réduire l'impact de la synthèse sur l'environnement, et faire un pas de plus vers une chimie plus "verte", plus respectueuse de l'environnement.



Produits chimiques :

- Diphénylméthanol : $C_{13}H_{12}O$; $M = 184,23 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$; $d = 1,10$; $T_{fus} = 69^\circ\text{C}$; $n = 1,599$.
- Permanganate de potassium : $KMnO_4$; $M = 158,03 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$.
- Sulfate de cuivre pentahydraté : $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$; $M = 249,68 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$.
- Pentane : C_5H_{12} ; $T_{vap} = 36^\circ\text{C}$; $n = 1,371$.
- éthanoate d'éthyle : $C_4H_8O_2$; $\mu = 1,78D$; $T_{vap} = 77^\circ\text{C}$.
- Sulfate de sodium anhydre : Na_2SO_4 .
- Benzophénone : $C_{13}H_{10}O$; $M = 182,23 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$; $d = 1,11$; $T_{fus} = 48^\circ\text{C}$; $n = 1,583$.

Manipulation :

1. Lancer le chauffage de l'eau.
2. Broyer 1,58 g de $KMnO_4$ et 2,50 g de $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$ dans un mortier jusqu'à obtenir un mélange homogène.
3. Dans un ballon de 25 mL, introduire 92,0 mg de diphénylméthanol, puis le réactif oxydant préparé précédemment. Homogénéiser le mélange avec une tige en verre.
4. Munir le ballon d'un réfrigérant, et chauffer le ballon au bain marie à 100°C .
5. Après une heure de chauffage, laisser refroidir le mélange à température ambiante.
6. Introduire environ 15 mL de pentane dans le ballon afin de récupérer le produit. Filtrer, et laver avec environ 15 mL de pentane.
7. Sécher la phase organique obtenue sur Na_2SO_4 anhydre, filtrer, et évaporer sous pression réduite. On obtient une huile qui cristallise à température ambiante en quelques minutes.
8. Réaliser une chromatographie sur couche mince (CCM) pour vérifier que la réaction a bien eu lieu. Éluant : mélange pentane/éthanoate d'éthyle (5/1).

Révéler la plaque sous UV en présence du professeur.

Questions :

1. Un réactif est-il introduit en excès ? Si oui, lequel ?
2. Calculer le rendement de la réaction.
3. La réaction a-t-elle eu lieu ? Au cours d'une CCM, de quels paramètres dépend la valeur du rapport frontal ? Justifier la position relative des tâches observées sur la CCM.

Analyse :

1. Proposer un solvant qui pourrait permettre de réaliser cette réaction. Justifier.
2. Pourquoi peut-on se passer de solvant ici ?

3. Pourquoi chauffe-t-on ?
4. Pourquoi la chromatographie sur couche mince est ici un bon moyen de vérifier si la réaction a eu lieu ?
5. Proposer un autre moyen de vérifier l'identité du produit formé, ainsi que sa pureté.

SÉCHAGE D'UNE PHASE ORGANIQUE

1. Réunir les phases organiques à sécher dans un erlenmeyer sec. Y ajouter le desséchant (Na_2SO_4 ou MgSO_4 anhydres).
2. Agiter l'erlenmeyer à la main de façon circulaire.
3. Si le solide est collé sur les parois de l'erlenmeyer, ajouter du desséchant jusqu'à ce qu'il soit pulvérulent lors de l'agitation.
4. Filtrer le mélange en le versant dans un entonnoir équipé d'un filtre en papier. Récupérer le filtrat dans un ballon sec et dont on a pris soin de mesurer la masse.

RÉALISATION D'UNE CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE

1. **Préparation de la cuve** : remplir la cuve avec l'éluant (environ un demi centimètre) et fermer la cuve afin de la saturer en vapeur d'éluant.
2. **Préparation de la plaque** : à environ 1cm du bas, sur la face recouverte de silice, tracer un trait (ligne de dépôt) au crayon de bois sans rayer la surface. Surtout ne pas utiliser d'encre.
3. **Dépôts des échantillons dilués** : chaque échantillon à analyser est dissous s'il est solide ou dilué s'il est liquide dans un solvant volatil dans des petits béchers. Les dépôts sont réalisés à l'aide d'un tube capillaire, placé perpendiculairement à la plaque de silice. Les tâches doivent être éloignées du bord de la plaque d'environ un centimètre et séparées par environ un demi centimètre les unes des autres. Réaliser un codépôt : déposer différents produits sur le même point pour aider l'interprétation.
4. **Vérification des dépôts** : Vérifier les dépôts, si c'est possible, sous la lampe UV. Si les dépôts sont trop larges, elles risquent de se recouvrir pendant l'élution et rendre impossible l'interprétation.
5. **Introduction de la cuve** : Introduire la plaque verticalement dans la cuve à l'aide d'une pince. Le niveau du liquide doit se situer sous la ligne de dépôt. Fermer la cuve.
6. **Élution** : Ne pas déplacer la cuve pendant l'élution. Lorsque le front de l'éluant arrive à 1 ou 2 centimètres du haut de la plaque, retirer la plaque de la cuve. Marquer la position du front de l'éluant grâce à un crayon de bois.
7. **Révélation** : Si les molécules analysées absorbent dans l'UV (254 nm), disposer la plaque sous UV pour visualiser la position des différentes tâches. Si les molécules analysées n'absorbent pas dans l'UV, utiliser un agent chimique (acide phosphomolybdique, permanganate de potassium, diiode, ...) qui va la plupart du temps oxyder la molécule et faire apparaître une tache colorée.