

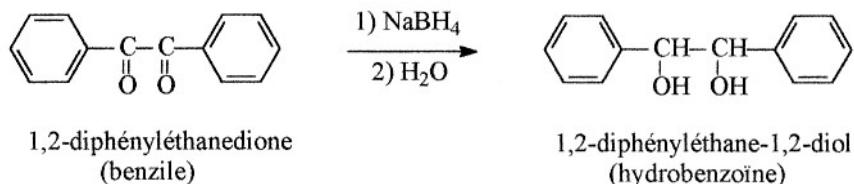
**Activité expérimentale n°22 – Réduction d'une cétone en alcool – Synthèse de l'hydrobenzoïne à partir du benzile**

**OBJECTIFS ET PRINCIPE.**

- Effectuer une réaction de réduction pour passer de la fonction cétone à la fonction alcool, réaction inverse de la réaction d'oxydation ménagée d'un alcool secondaire en cétone.
- Déterminer le rendement de cette synthèse.
- Réaliser un reflux, une cristallisation, une filtration sous vide, le séchage d'un solide.
- Mesurer une température de fusion avec un banc Kofler.

La transformation de la 1,2-diphényléthanedione ou benzile en 1,2-diphényléthane-1,2-diol ou hydrobenzoïne est réalisée en utilisant comme réducteur, le tétrahydruroborate de sodium (ou borohydrure de sodium)  $\text{NaBH}_4$ .

L'équation de la réaction de réduction associée à cette transformation est :



**DONNÉES PHYSICO-CHIMIQUES.**

- Benzile :  $M_1 = 210,23 \text{ g.mol}^{-1}$ ;  $T_{\text{fusion}} = 94\text{-}95^\circ\text{C}$  sous 1,013 bar.
- Hydrobenzoïne :  $M_2 = 214,27 \text{ g.mol}^{-1}$ ;  $T_{\text{fusion}} = 137\text{-}139^\circ\text{C}$  sous 1,013 bar.
- Bohydrure de sodium :  $M_3 = 37,8 \text{ g.mol}^{-1}$

**Partie 1 – SYNTHÈSE DE L'HYDROBENZOÏNE.**

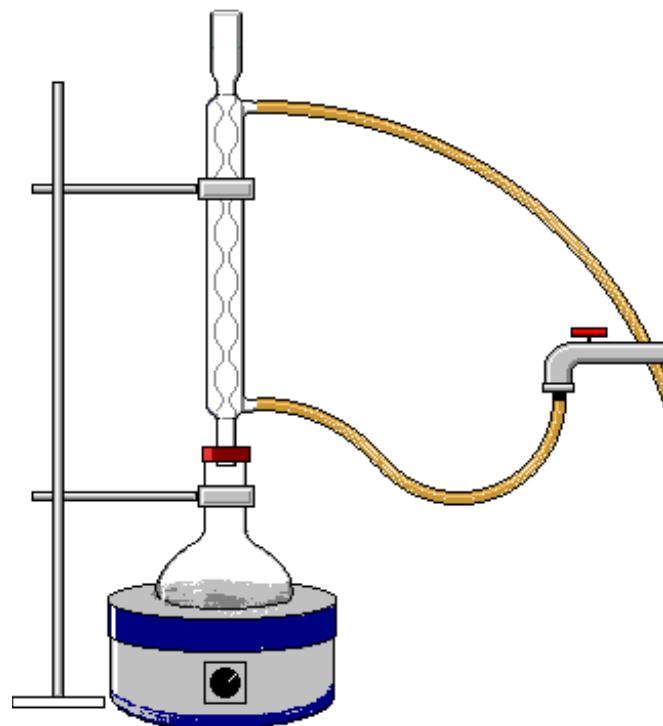
☞ Réaliser un montage de chauffage à reflux.

Introduire dans le ballon parfaitement sec :

- $m = 2,0 \text{ g}$  de benzile
- 25 mL d'éthanol (prélevé à l'éprouvette graduée)
- quelques grains de pierre ponce.

☞ Fixer le ballon sur le montage.

☞ Chauffer doucement le mélange jusqu'à dissolution du benzile.



- ☞ Laisser refroidir à température ambiante après avoir enlevé le chauffe-ballon. La solution étant refroidie, enlever le réfrigérant et placer un agitateur magnétique sous le ballon.

**Se munir de gants afin d'effectuer l'opération suivante.**

- ☞ Ajouter dans le ballon 1,0 g de tétrahydruroborate de sodium en poudre et agiter à température ambiante pendant 10 minutes. La solution initialement jaune doit se décolorer.  
 ☞ Ajouter 30 mL d'eau distillée (volume mesuré à l'éprouvette graduée) puis porter le mélange à reflux pendant 5 minutes.

## Partie 2 – ISOLEMENT DU PRODUIT – PESÉE ET IDENTIFICATION.

- ☞ Laisser refroidir puis ajouter 60 mL d'eau distillée glacée dans le ballon par le haut du réfrigérant.  
 ☞ Verser le contenu du ballon dans un bêcher de 250 mL parfaitement propre. Laisser la pierre-ponce et le barreau aimanté dans le ballon.  
 ☞ Attendre la cristallisation dans un bain d'eau et de glace (compter une demi-heure environ).  
 ☞ Filtrer la solution froide sur un Büchner et rincer les cristaux avec de l'eau.  
 ☞ Essorer au maximum le solide obtenu entre des feuilles de papier filtre.  
 ☞ Déterminer la masse de cristaux obtenue.

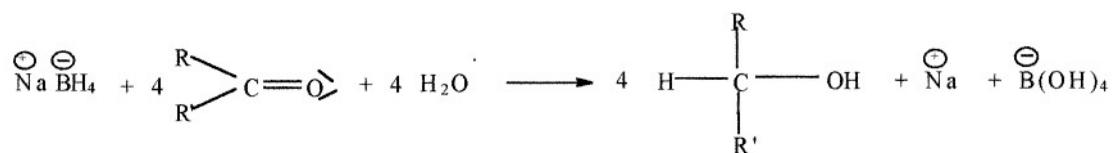
$$m_{\text{expérimentale}} =$$

- Mesurer la température de fusion des cristaux à l'aide d'un banc Kofler.

$$T_{\text{fusion}} =$$

## Questions

L'équation globale de la réduction d'une cétone en alcool secondaire par  $\text{NaBH}_4$  est :



1. Écrire l'équation de la réaction de réduction du benzile (une molécule de benzile porte deux fonctions cétone).
2. Montrer que le benzile est le réactif limitant en sachant que l'eau est en excès.
3. En déduire la masse théorique d'hydrobenzoïne qui doit se former et le rendement de la synthèse effectuée.