

Lab 5 – *Synthèse de l'acide benzoïque à l'aide d'un Grignard*

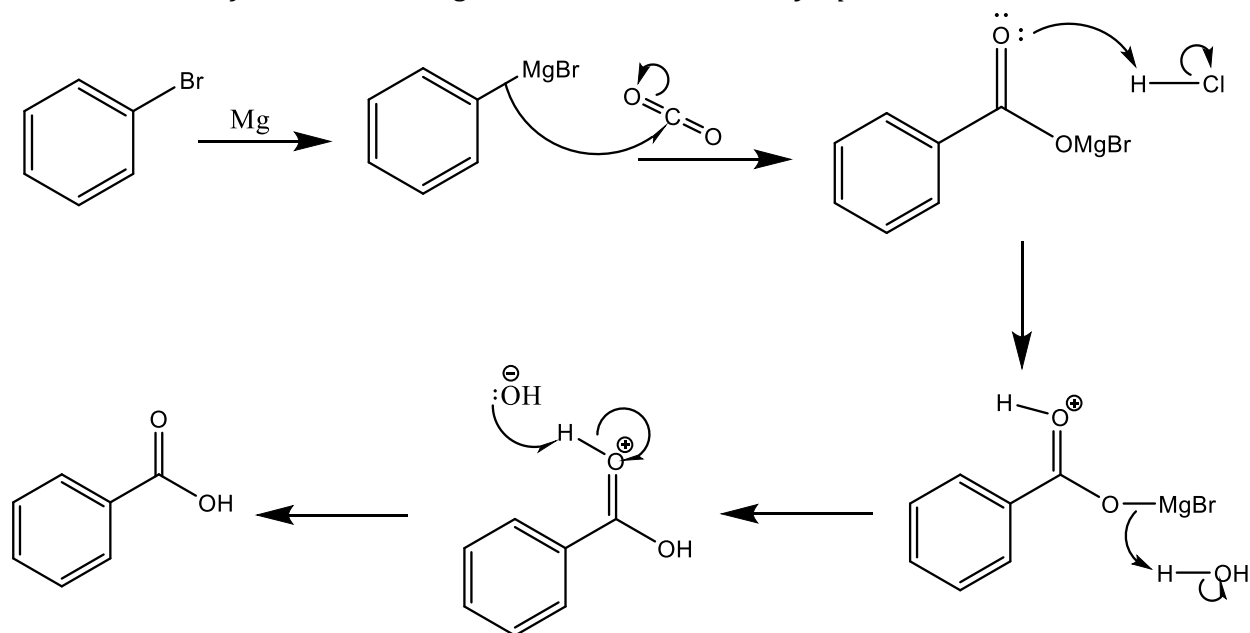
CHM1721 Section A04

Département de Chimie

Université d'Ottawa

Introduction

Mécanisme de la formation du Grignard et de l'acide carboxylique



Protocole

** Voir manuel de laboratoire p. 47-52 (Oglivie et al, 2017, l'Université d'Ottawa) **

Tableau des Réactifs

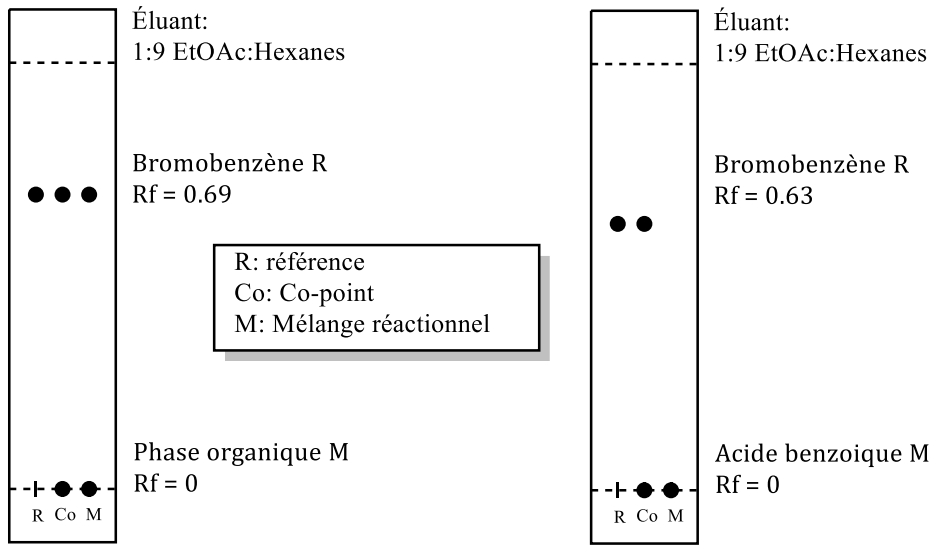
Réactifs	Quantité (g ou mL)	Masse molaire (g/mol)	# Mole	Densité (g/mL)
Iode	3 cristaux	126.9	\	1.32
Magnésium	0.86 g	24.3	0.0354	1.74
Bromobenzène	3 mL	157	0.0281	1.47
Éther (ANHYDRE)	20 mL	74.1	0.192	0.713
Dioxyde de carbone	¼ de bécher de 100 mL	44.0	\	1.4 - 1.6
Glace	25 g	18.0	1.39	0.917
Eau	20 mL	18.0	1.11	1
HCl	5 mL	36.5	0.163	1.19
Éther (ordinaire)	15 mL	74.1	0.144	0.713

Observations

- Lors de l'ajout du bromobenzène au Mg et I, une couleur rose est apparue
- Après l'ajout de l'éther anhydre, le mélange réactionnel a bouilli très rapidement
- La solution est devenue un brun très foncé

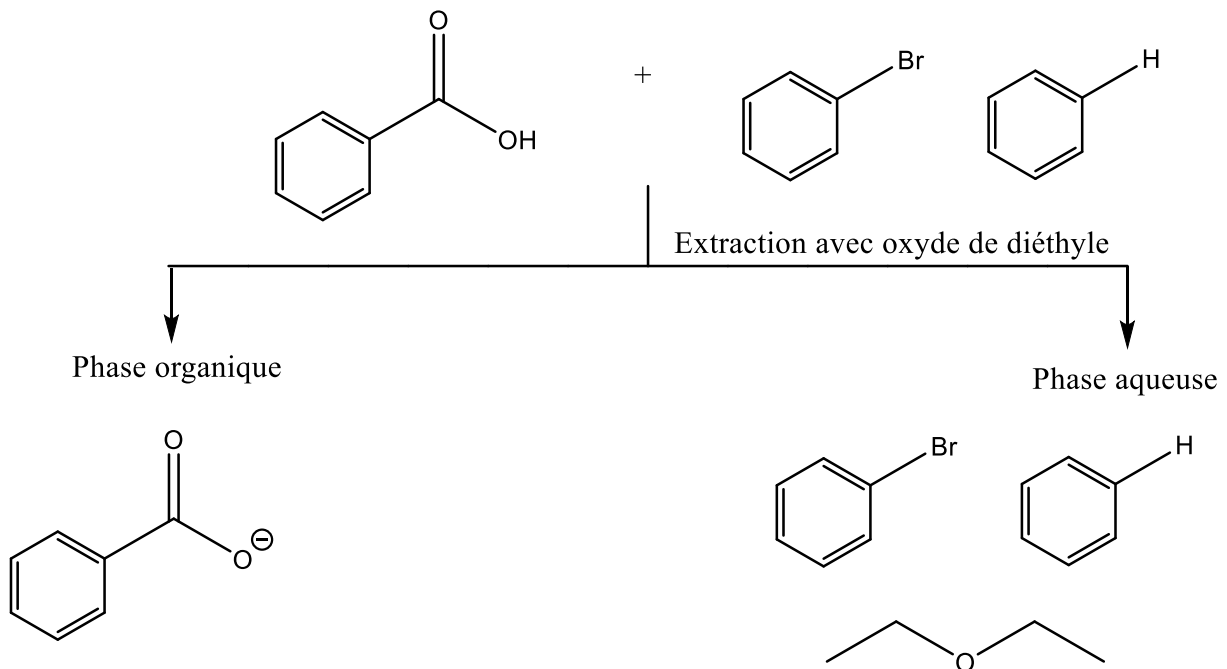
- Le mélange du produit réactionnel et la glace sèche a résulté en un produit très collant et difficile a mélanger
- Lors de l'ajout de la glace sèche, l'eau, la glace et le HCl, de la vapeur a sorti du mélange
- Le produit final était une poudre blanche

CCM's



Organigramme

Isolation de l'acide benzoïque (extraction étape 15)



Protonation de l'acide benzoïque (extraction de l'étape 17 et 18)

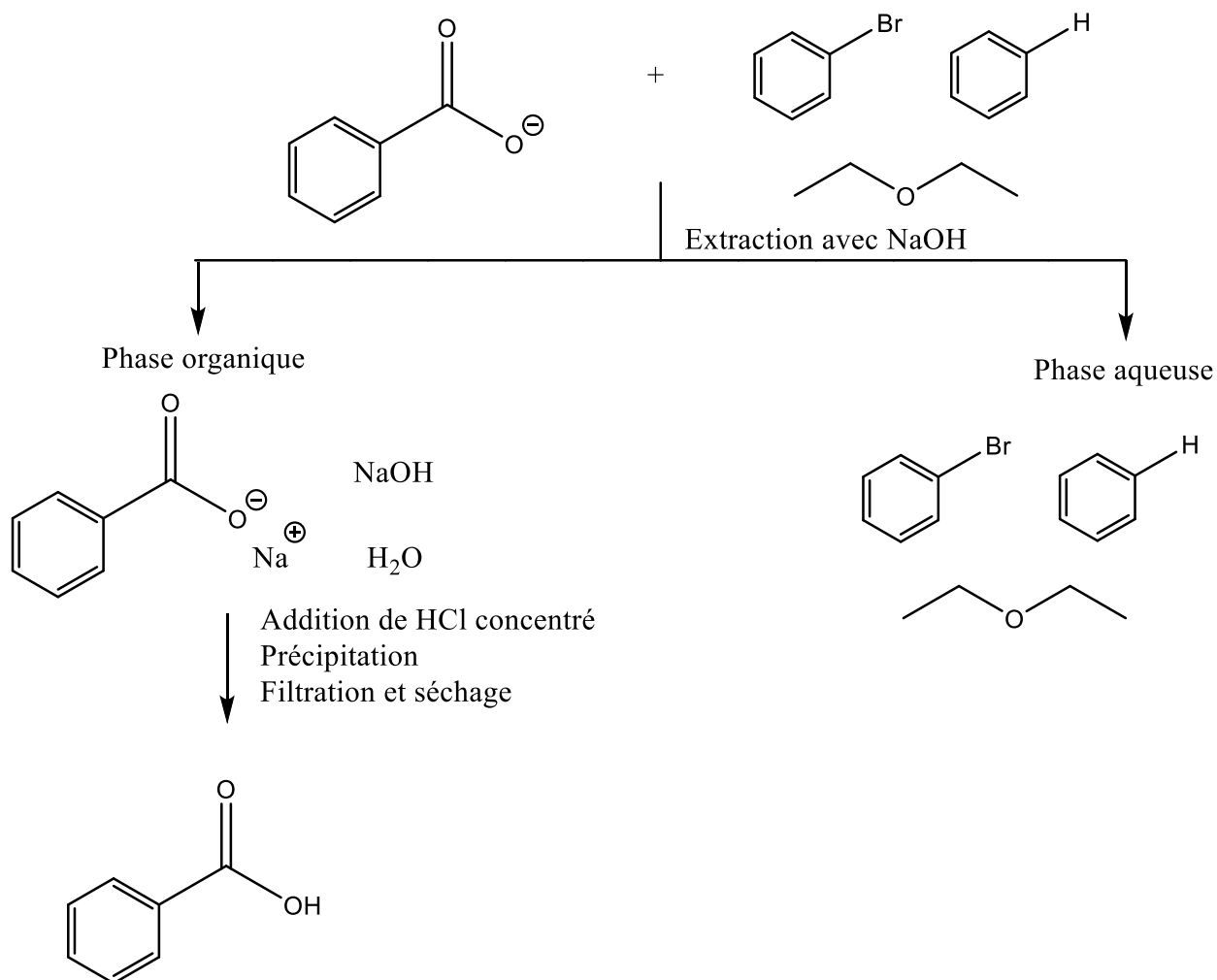


Tableau de Résultats

Produit	Quantité (g ou mL)	Masse Molaire (g/mol)	# de Mole	% de Rendement	Point de Fusion	Point de fusion théorique
Acide benzoïque	1.732 g	122.1	0.0142	50.53%	115- 118°C	123°C

Calculs

$$R_f = x/y$$

$$\text{Ex: } R_f = 4.1/5.9$$

$$R_f = 0.69$$

** Le R_f doit être calculée pour tous les points sur le CCM **

$$\% \text{ rendement} = \frac{n \text{ produit}}{n \text{ réactif}} \times 100\%$$

$$\% \text{ rendement} = \frac{0.0142}{0.0281} \times 100\%$$

$$\% \text{ rendement} = 50.53 \%$$

Discussion

Au cours de ce laboratoire, du matériel séché au four, l'oxyde de diéthyle anhydre, un tube de séchage et un assemblage rapide ont tous été utilisés en mesure d'éviter la contamination de la réaction par l'eau (dans l'air ect...). En fait, ceci est important car puisqu'une réaction acide base se produit plus rapidement qu'une réaction nucléophile / électrophile, si l'eau perturbe le milieu réactionnel, elle provoquera une réaction acide base. Ceci fait en sorte qu'on a le benzène comme produit et non le Grignard voulu. Par la suite, on met le produit dans un bain d'eau chaude en mesure de s'assurer que la réaction se termine complètement par lui-même. L'ajout d'un peu de chaleur élève la température du mélange à son point d'ébullition, ce qui permet le matériel non-réagi à réagir. La réaction avec la glace sèche permet le précurseur du groupement acide carboxylique de se former grâce au Grignard (voir introduction). L'extraction avec l'oxyde de diéthyle a été effectué en mesure d'isoler l'acide benzoïque des impuretés, donc les agents en excès ainsi que les molécules possiblement contaminées par l'eau lors des premières étapes. Cette étape déprotonne l'acide benzoïque, et donc le NaOH est utilisée pour la deuxième extraction en mesure de la stabiliser. On acidifie les extractions avec le but de re-protonner l'acide benzoïque, et la rendre de nouveau stable (voir organigrammes).

En analysant les plaques CCM, on peut constater qu'après la première extraction le produit contenait encore des impuretés. Par contre, après l'extraction avec le NaOH, en analysant la plaque CCM, il est évident qu'il ne contient plus de bromobenzène. Grâce à la deuxième extraction, on purifie le produit encore plus, qui fait en sorte que l'acide benzoïque est isolé. En comparant le point de fusion obtenu de 115-118 °C avec le point théorique de 123°C, on peut déduire que puisque l'intervalle est court, nous avons une substance pure. Par contre, la valeur est un peu éloignée de la valeur théorique, qui démontre qu'il y a quelques impuretés. On peut arriver à la même conclusion en analysant notre pourcentage de rendement, qui est de 50.53%. Puisque le rendement est moins que 100% cela signifie qu'environ 50% de notre produit était des impuretés. Donc, en conclusion, nous avons obtenu le bon produit avec quelques impuretés.

Une erreur commise est lors de l'extraction avec le NaOH, nous avons effectué une extraction de la phase aqueuse au lieu de la phase organique. Ceci a fait en sorte que lors

de l'acidification de la phase aqueuse, le contenu en NaOH était beaucoup plus élevée, et donc plus de HCl était nécessaire en mesure de protonner le produit.

Questions

1. On utilise l'oxyde de diéthyle anhydre lors de cette réaction en mesure de favoriser la réaction Grignard et non acide-base. S'il y a des traces d'eau dans la réaction, on obtient un produit différent de ce qu'on espérait. (plus de détails dans discussion)
2. On utilise un bain d'eau chaude pour chauffer le mélange réactionnel pour s'assurer que la réaction se termine complètement, et qu'on peut exposer le mélange à l'air sans que notre réaction soit gâchée. (plus de détails dans discussion)
3. La glace sèche est le dioxyde de carbone dans sa phase solide. En fait, le CO_2 a une température de vaporisation très faible, donc en mesure de la préserver dans sa forme solide, il faut la garder à une température très basse.
4. Il est important d'utiliser la glace sèche fraîchement obtenue puisque ça vaporise à la température de la salle, donc en attendant trop longtemps, on aura une quantité insuffisante (puisque on veut que c'est en excès).