

Expérience 4 : Analyse stéréochimique de la réduction du benzyle

Nour El Houda Oudni

(300029248)

Démonstrateur :

Veronik Samson

CHM1721

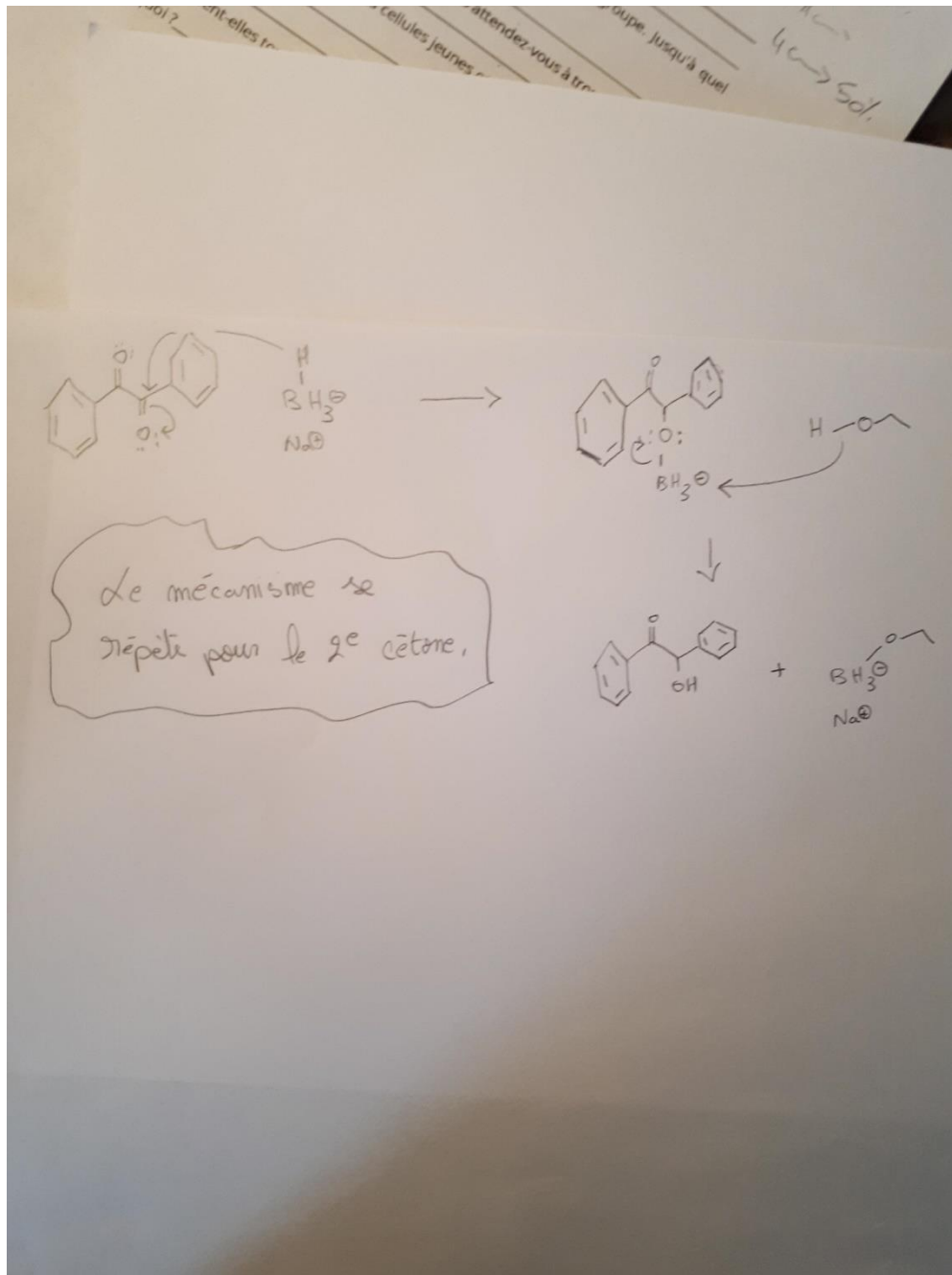
Groupe 02

Département de chimie

L'université d'Ottawa.

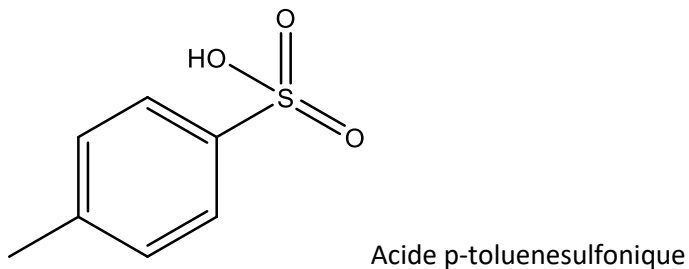
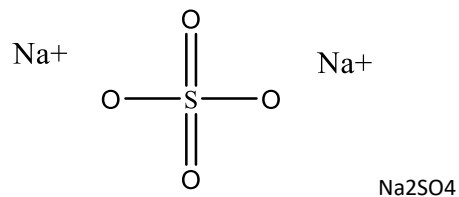
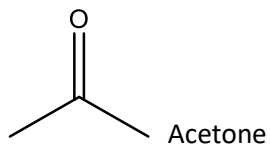
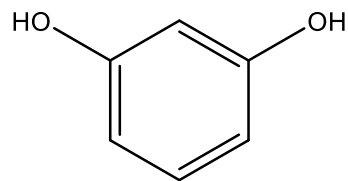
Introduction :

Mécanismes de la partie où on fait la réduction du benzile en hydrobenzoïne :

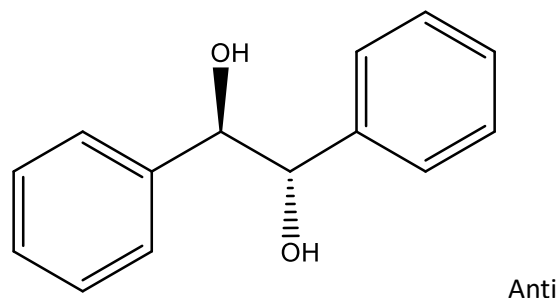
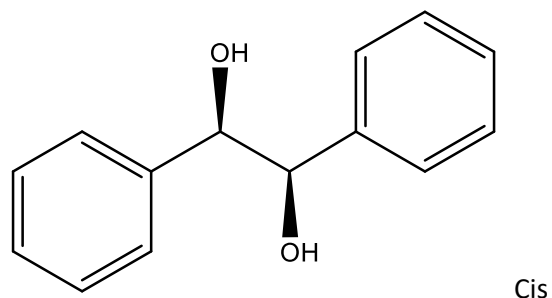


2- Réaction d'acétylation :

Réactifs :



Produits:



Procédure :

Pages 46-47 du manuel de laboratoire de chm1721.

Cependant on a fait quelques changements dans les deux parties :

Partie A :

3-Ajoutez 5mL de dichlorométhane et 5ml d'éthanol, agitez la solution jusqu'à ce que le solide est complètement dissout. Placez un bain de glace vide sous l'erlenmeyer, ajoutez d'abord de la glace puis de l'eau, agitez pendant 5 minutes.

4-Ajoutez 0.3g de borohydrure de sodium en trois parts égales, en espaçant les ajouts de 2 minutes

12-Déterminez la masse de produit et le pourcentage de rendement. Effectuez une CCM du produit final.

Partie B :

13-Mettez environ 600mg de votre produit diol dans un ballon de 50mL, ajoutez 25mL d'acétone pour faire une solution. Ajoutez 500mg de sulfate de sodium anhydre et un barreau d'agitation a votre ballon.

14-Ajoutez 50mg d'acide p-toluenesulfonique, agitez le mélange a la température ambiante pendant environ 30 minutes(n'ajoutez pas le 2-methoxypropene).

Observations :

Partie A :

- Le benzile est jaune et solide
- Éthanol liquide transparent
- Après ajout on voit comme une mousse qui se forme au début.

Partie B :

- 2-methoxypropene : liquide transparent
- Acide p-toluenesulfonique est solide et blanc
- Sulfate de sodium : cristaux blancs.

Tableau des reactifs :

Tableau 1 : réduction du benzile par du borohydrure de sodium :

Réactif	Quantité (g ou mL)	Masse molaire(g/mol)	# moles	Densité (g/mL)
Benzil	1 g	210.23	0.00476	/
NaBH ₄	0.3 g	37.83	0.00793	/
Éthanol	10 mL	/	/	/

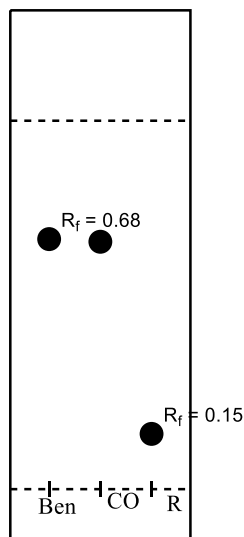
Tableau 2 : transformation du produit diol en acetonide :

Réactif	Quantité (g ou mL)	Masse molaire(g/mol)	# moles	Densité(g/mL)
Diol	0.6 g	296.4	0.00202	/
Acétone	25 mL	58.08	/	0.784
Na ₂ SO ₄	0.5 g	142.04	0.00352	/
Acide p-toluenesulfonique	0.05 g	172.2	0.000290	/

Tableau de résultats :

Produit	Quantité(g ou mL)	Masse molaire (g/mol)	# moles	% de rendement
Benzoïne	1.08 g	212.24	0.00509	106.9

Plaques CCM :

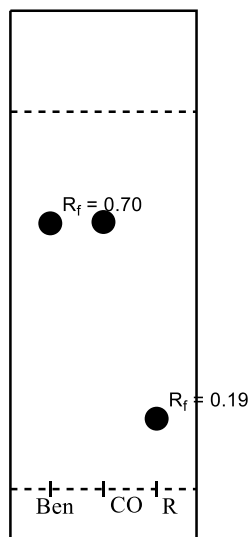


CCM1

Faite avec le Benzil comme référence

CO: benzil+mélange réactionnel

R: mélange réactionnel



CCM2

Benzil comme référence

CO: Benzil+ mélange réactionnel

R: mélange réactionnel

Discussion :

Partie A :

- NaBH₄ a été ajouté pour réduire le benzil en benzoïne dans cette expérience, en effet il va agir comme un nucléophile qui va fournir des H⁺ facilement il en a 4 des H qui sont très susceptibles de réduire notre benzil
- Les protons vont par la suite rompre une liaison pi entre le carbone et l'oxygène pour former à la fin un alcool
- A la fin de ce mécanisme on obtient du borate d'ester
- Ce mécanisme est répété encore une fois pour pouvoir réduire le deuxième carbonyle du benzil.
- L'eau a été ajouté pour finaliser et étouffer la réaction.
- L'acide p-toluenesulfonique a été utilisé pour former l'acétone dont on a besoin à la fin pour déterminer lequel des stéréo-isomères a été utilisé dans cette expérience.

- Nous avons fait des CCM pour nous assurer si notre réaction était terminée ou pas encore
- Notre CCM#1 démontre que le benzil dont le Rf est de 0.68 va en haut de la plaque nous confirmant qu'il est donc pas polaire, alors que celui de notre hydrobenzoïne est de 0.15 on voit aussi que ce composé ne va pas voyager dans la plaque il est donc plus polaire que le benzil
- En ce qui concerne notre CCM#2, on remarque que le benzoïne voyage un peu plus loin mais pas beaucoup dans la plaque et le benzile voyage même plus loin comparé à la 1ère CCM, ce qui nous confirme que notre séparation s'est bien faite et a été effective.

Partie B :

- Cette partie avait pour but de nous aider à déterminer lequel des stéréo-isomères a été utilisé dans notre réaction. Nous avons transformé le diol en acétonide à l'aide de l'acétone et de l'acide p-toluenesulfonique
- Malheureusement dû à quelques erreurs expérimentales nous avons gâché nos plaques CCM et nous n'avons donc pas pu recueillir de résultats.
- Vu que le composé est normalement racémique on devrait avoir dans notre plaque CCM l'apparition des deux composés anti et syn, cependant l'un d'eux est majoritaire.
- Cependant d'après mes recherches sur le sujet, je peux supposer que le composé utilisé est la composante anti, on peut expliquer cela par le fait que dans notre CCM#2 on a conclu que l'hydrobenzoïne était un élément méso et donc il comportait une molécule achirale qui a des images miroirs.

Exemples de calculs :

1- Calcul du Rf d'une des deux CCM :

Rf du benzil dans la 1ère plaque CCM :

$$D/d_s = 2.5/3.7 = 0.68$$

2- Calcul du % de rendement :

$$\% = (\text{mole produits} / \text{moles réactifs}) \times 100$$

$$\% = (0.00476 / 0.00509) \times 100 = 104\%$$

Sources d'erreurs :

Tout d'abord, on peut voir de nos calculs que nous avons eu un % de rendement qui dépasse ce que nous attendions et ceci est sûrement dû à quelques erreurs expérimentales de notre

part comme par exemple lors du pesage de la masse de notre produit benzoïne nous avons peut être mal pris notre masse dans la balance, de plus nos cristaux étaient peut être trop gros ce qui a causé ce problème, il y a peut-être eu présence de quelques impuretés après notre recristallisation ce qui explique que ça n'a pas été bien purifié. Aussi, l'eau n'a peut-être pas été bien enlevé et le produit final n'a peut-être pas bien été séché.

Nous n'avons pas pu observer les 3 dernières CCM de la partie B car nous avons malheureusement un peu trop touché nos plaques en les mettant dans l'éluant ce qui a causé cela.

Réponses aux questions :

1- Volume minimale pour dissoudre A :

A 100° :

$$16\text{g}/100\text{ ml} = 3.5\text{ g}/X$$

$$X = 21.9\text{ml}$$

Volume minimale pour dissoudre B :

$$16/100 = 10/Y$$

$$Y = 62.5\text{ml}$$

A 20° :

$$1/100 = X1/62.5$$

$$X1 = 0.63\text{ g}$$

-Masse des cristaux :

$$\text{Pour A : } 3.5 - 0.63 = 2.87\text{ g}$$

$$\text{Pour B : } 10 - 0.63 = 9.37\text{ g}$$

$$\% \text{ de rendement} = (\text{masse réelle/ expérimentale}) \times 100$$

$$= (3.5 + 10 / 2.87 + 9.37) \times 100 = 90.66\%$$

$$2- 1/100 = X/100$$

$$X = 1\text{g}$$

Masse des cristaux obtenues :

A : $3.5 - 1 = 2.5$ g

B : $10 - 1 = 9$ g

% de rendement : $(2.5 + 9 / 3.5 + 10) \times 100 = 85.2\%$

3- L'erreur est peut-être dû au solvant que l'étudiante a choisi pour faire cela, le méthanol n'a pas un point d'ébullition assez haut pour cette expérience qu'elle a faite, elle pourrait utiliser un autre composé avec un plus haut point d'ébullition.

4-

a-On n'obtient pas de 1-butanol parce que le borohydrure de sodium ne peut pas réduire le groupement carboxyle de l'acide butanoïque.

b-Le produit majeur de cette réaction est le butanal.

5- Je pense que le produit de la réaction qu'on a pour cette question seraient 4 stéréo-isomères car le réactif a deux stéréocentres le OMe et le O et donc $2^2 = 4$

Références :

-Vidéos de l'expérience 4 sur brightspace

- Module 4 du cours de CHM1721 par Pr. André Beauchemin.

Données brutes :

Expérience 4

Partie A:

Masse de produit = 1,08 g.

CCM1: Avec le Benzile

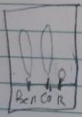
comme référence.



CCM2 \rightarrow Benzile comme référence

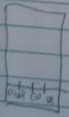
et nos cristaux (dual) comme

mélange



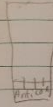
CCM3: Dual

V3



Partie B: pas de mécanisme.

CCM4 = Anti



CCM5: syn



V3