

Oxydation de l'alcool cinnamique – suivi par CCM

OBJECTIF

Suivre par CCM, les oxydations successives d'un alcool en aldéhyde puis en acide en présence d'ions permanganate en milieu acide.

PRÉPARATION DES SOLUTIONS

◆ Solution aqueuse d'alcool cinnamique : dissoudre environ 50 mg d'alcool dans 20 mL d'eau de manière à obtenir une solution saturée (solution 1).

A T° ambiante, l'alcool cinnamique est solide mais difficilement prélevable. Il est préférable de le chauffer et de le prélever sous forme liquide.

Sous une hotte, dans un bécher de 50 mL taré sur une balance, on verse 50 mg d'alcool à la pipette pasteur puis on ajoute 20 mL d'eau. Puis on agite pendant 5 min.

◆ Solution aqueuse d'aldéhyde cinnamique : dissoudre environ 50 mg d'aldéhyde dans 20 mL d'eau de manière à obtenir une solution saturée (solution 2).

A T° ambiante, l'aldéhyde cinnamique est liquide. De même, sous une hotte, dans un bécher de 50 mL taré sur une balance, on verse 50 mg d'aldéhyde à la pipette pasteur puis on ajoute 20 mL d'eau. Puis on agite pendant 5 min.

◆ Solution saturée de permanganate de potassium : dissoudre environ 1 g de permanganate de potassium dans 20 mL d'eau et bien agiter la solution puis ajouter prudemment 4 mL d'acide sulfurique concentré (solution 3).

MODE OPÉRATOIRE

Sur un support, on place six tubes à essais :

– Tube 1 : 3 mL de la solution 1.

– Tube 2 : 3 mL de la solution 1 + 2 gouttes de la solution 3.

– Tube 3 : 3 mL de la solution 1 + environ 20 gouttes de la solution 3. (Pour bien voir le précipité marron, j'ai ajouté 5 gouttes de solution 3 en plus)

– Tube 4 : 3 mL de la solution 2 + environ 2 gouttes de la solution 3. (Pour mieux oxyder l'aldéhyde et bien voir le résultat à la CCM, je pense qu'il faudrait en ajouter 2-3 gouttes de plus)

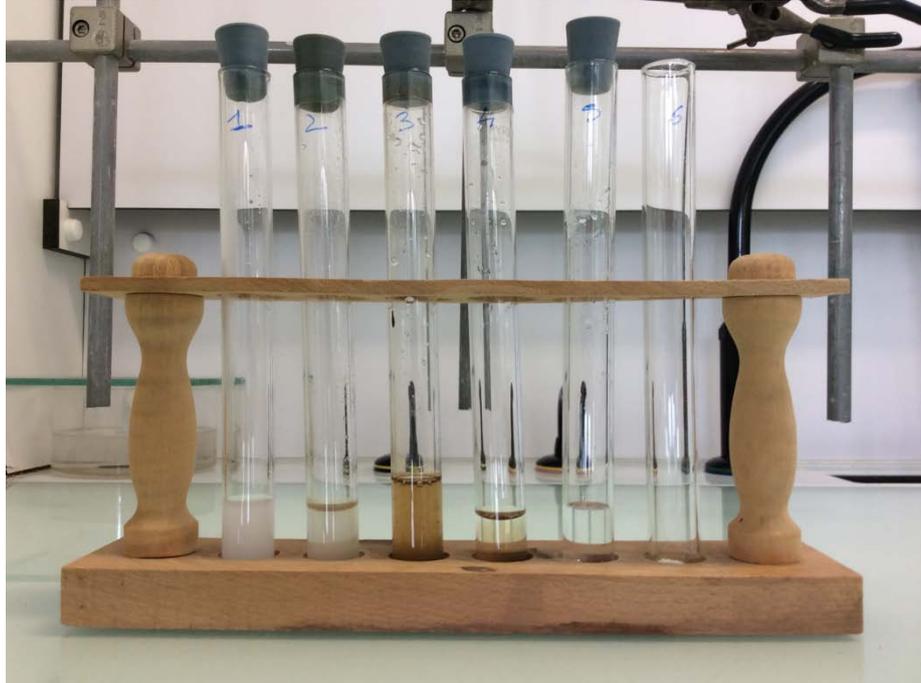
– Tube 5 : 3 mL de la solution 2.

– Tube 6 : une pointe de spatule d'acide cinnamique.

On agite bien ces tubes.

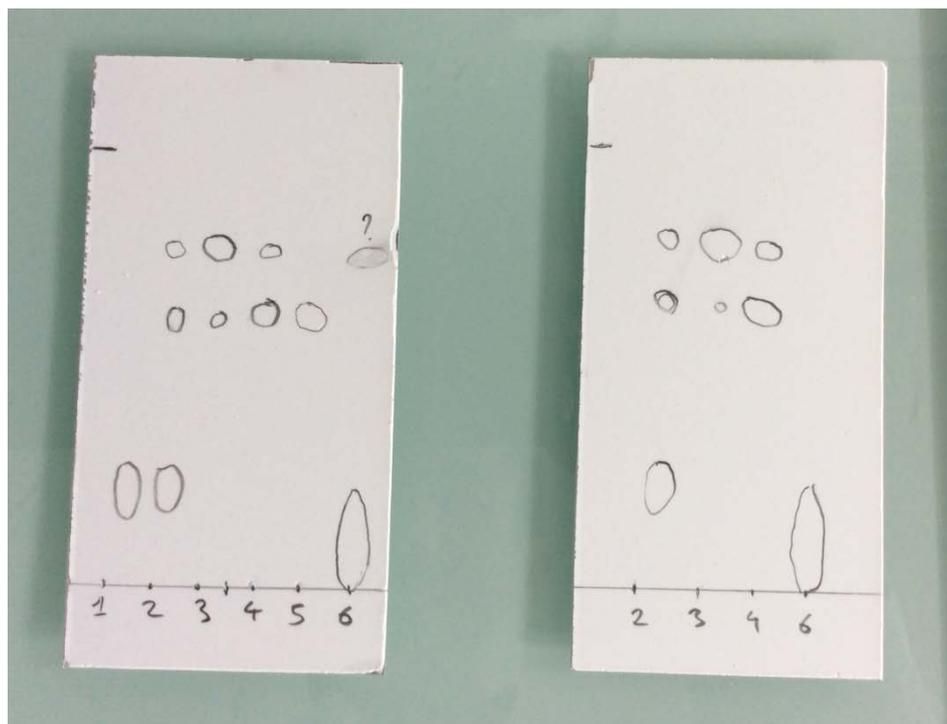
OBSERVATIONS

- ◆ Tube 2 : Le mélange se décolore lentement.
- ◆ Tube 3 : Il se forme un précipité marron (il s'agit de MnO_2).
- ◆ Tube 4 : Le mélange se décolore lentement.



CONTROLE PAR CCM

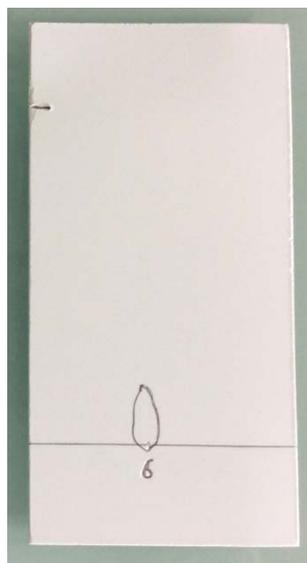
Dans chaque tube, on ajoute environ 3 mL d'éther éthylique. On agite bien ces tubes et on effectue la CCM de chacune de ces phases étherées. On utilise le dichlorométhane comme éluant.



Le suivi par CCM fait apparaître :

- dans le tube 2, la formation de l'aldéhyde **et d'un peu d'acide** (il reste de l'alcool) ;
- dans le tube 3, la formation de l'aldéhyde et de l'acide (**il n'y a plus d'alcool**) ;
- dans le tube 4, la formation de l'acide (**très peu visible à la CCM**) (il reste de l'aldéhyde).

Il y a cependant un problème avec l'acide cinnamique commercial (6), dont la CCM ne donne pas le même rapport frontal que celui de l'acide cinnamique produit par l'oxydation de l'alcool et de l'aldéhyde :



Réduction de l'aldéhyde cinnamique – suivi par CCM

MODE OPÉRATOIRE

Dans un erlenmeyer de 100 mL placé dans un bain d'eau glacée, on introduit 2 mL de l'aldéhyde, 10 mL de dichlorométhane et 2 mL de méthanol (1). Environ 300 mg (0,008 mol) de NaBH_4 (2) sont introduits progressivement dans l'erlenmeyer tout en maintenant une agitation modérée (pendant 15 min).

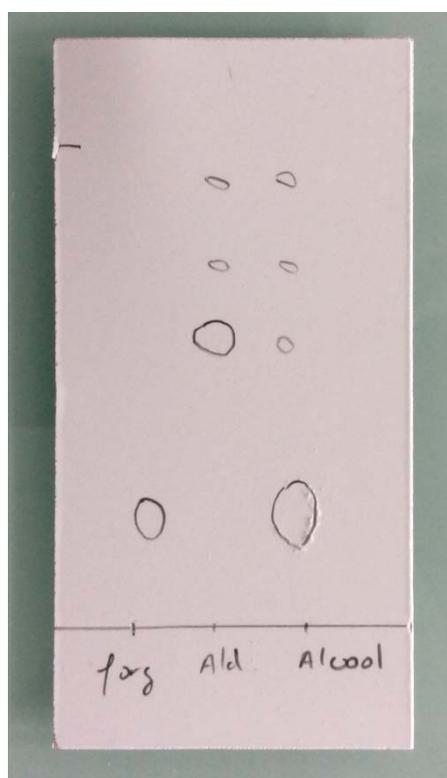
LAVAGE DE L'ALCOOL OBTENU

Le contenu de l'erlenmeyer est versé dans une ampoule à décanter de 60 mL. Après un lavage à l'eau (20 mL), la phase organique est versée dans un bécher de 50 mL, séchée sur sulfate de sodium anhydre et filtrée (entonnoir + filtre plissé).

CONTRÔLE PAR CCM

On effectue la CCM de la phase organique en parallèle des échantillons d'aldéhyde et d'alcool. [Comme témoins, j'ai utilisé les phases étherées des tubes à essais 1 (alcool) et 5 (aldéhyde) de la première partie, et dilué la phase organique dans de l'éther diéthylique (2 gouttes dans 3 mL d'éther)].

Le dichlorométhane est utilisé comme éluant.



Le contrôle par CCM confirme la réduction de l'aldéhyde en alcool avec consommation totale de l'aldéhyde (NaBH_4 était en excès). La CCM des témoins montre une légère oxydation des produits dans des solutions préparées depuis plus d'une heure...