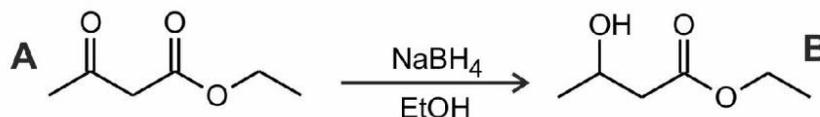


## TP5

**REDUCTION DU 3-OXOBUTANOATE D'ETHYLE PAR NaBH<sub>4</sub>**Principe

Réduction du 3-oxobutanoate d'éthyle **A** en 3-hydroxybutanoate d'éthyle **B** par NaBH<sub>4</sub>  
(Rendement théorique : 70-90 %)

Données :

Produits	Densité	Sécurité
<b>A</b>	1,029	–
<b>B</b>	1,012	–
NaBH <sub>4</sub>	–	H260 : Dégage au contact de l'eau des gaz inflammables qui peuvent s'enflammer spontanément H301 : Toxique en cas d'ingestion H314 : Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves H360F : Peut nuire à la fertilité
éthanol	0,790	H225 : Liquide et vapeurs très inflammables H319 : Provoque une sévère irritation des yeux
diéthyl éther	0,706	H224 : Liquide et vapeurs extrêmement inflammables H302 : Nocif en cas d'ingestion H336 : Peut provoquer somnolence ou vertiges

Produits	Température de fusion (°C)	Température d'ébullition (°C)
<b>A</b>	-43	181
<b>B</b>	<<0	170
diéthyléther	<<0	34
éthanol	<<0	79

Enoncé

- Etape 1 : Ajouter dans 100 mL d'éthanol, 10 mL de 3-oxobutanoate d'éthyle, et refroidir à 0-5°C. Y ajouter petit à petit 1,5 g de NaBH<sub>4</sub>. Il est possible d'observer une élévation de température. Au bout de 5 min, retirer le bain de glace et agiter pendant 15 minutes.
- Etape 2 : Evaporer le solvant au rotavapor. Ajouter 100 mL d'une solution de chlorure d'ammonium, et extraire 3 fois avec 50 mL de diéthyl éther. Laver la phase organique à l'aide de 100 mL de saumure. Sécher au sulfate de magnésium anhydre. Evaporer le solvant à l'évaporateur rotatif.
- Etape 3 : Effectuer une chromatographie sur couche mince avec le produit obtenu et un échantillon du réactif (éluant : mélange 3:1 cyclohexane/acétate d'éthyle). Révéler sous UV. Faire un spectre IR du produit obtenu et du réactif A.

### Questions

- 1- Réaliser un montage permettant d'effectuer l'étape 1 de cette réaction. Introduire solvant ou réactifs uniquement APRES appel de l'examinateur, et validation.
- 2- Reproduire et compléter le tableau d'engagement suivant :

Espèce	Masse molaire ( $g.mol^{-1}$ )	Quantité introduite ou max obtenue (mL ou g )	Quantité en mmol
<b>A</b>			
NaBH <sub>4</sub>			
<b>B</b> <b><u>Si total</u></b>			

- 3- Présenter et analyser les résultats expérimentaux. On attend en particulier une analyse complète de la CCM.
- 4- Présenter le mécanisme de la réaction support de la transformation réalisée.

### Questions de l'examinateur

- 1- Qu'est-ce qu'une réduction ? Quel est le nombre d'oxydation du carbone d'une cétone ? d'un ester ? d'un alcool ? Comment qualifieriez-vous cette réduction ?
- 2- Expliquer le principe d'une CCM. Quelle est la formule de la silice ?
- 3- Pourquoi ajoute-t-on la solution de NH<sub>4</sub>Cl ? Quel est le gaz libéré pendant cette opération?
- 4- Quel est le gaz libéré pendant l'extraction ? Pourquoi ?
- 5- Pourquoi procède-t-on à 3 extractions?
- 6- Quel est le rôle du lavage à la saumure ?