

Un **cahier de laboratoire** sera rédigé en autonomie tout au long de l'épreuve. Le candidat y consignera les manipulations effectuées (à l'aide de schémas annotés par exemple), les observations faites ainsi que les calculs nécessaires à l'exploitation des résultats. Il permettra au candidat de conclure sur les manipulations effectuées.

Les réponses aux questions posées dans l'énoncé (notées **Q.**) se feront dans le cahier de laboratoire.

Le sucre pour la réhydratation des sportifs

Un effort physique engendre des pertes d'eau notamment par transpiration. L'hydratation est très importante notamment chez les sportifs dont la transpiration peut être excessive. Des compléments de réhydratation sont proposés aux sportifs. Ils contiennent généralement des sels de sodium et de potassium ainsi que du D-glucose. Maintenir dans l'organisme le niveau de D-glucose permet notamment de maintenir l'énergie et soutenir la fonction cellulaire. On propose dans une première partie de doser D-glucose dans un sachet de réhydratation. Dans une seconde partie l'acétylation, du D-glucose sera mis en œuvre. En effet, outre son intérêt dans de nombreux processus biologiques, le D-Glucose est une molécule naturelle présente en grande quantité qui fait partie du pool chiral. Sa chiralité en fait un précurseur utile dans la synthèse de composés chiraux et bioactifs.

A. Titrage du D-glucose dans un sachet de réhydratation.

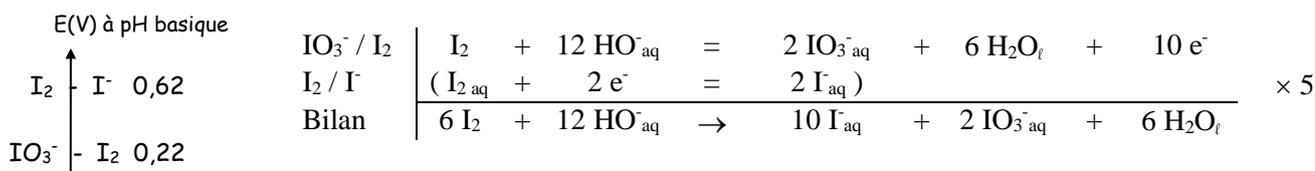
I. Principe : Titrage en retour.

Le D-glucose est oxydé en acide gluconique (C₆H₁₂O₇) par une solution de diode en excès. Il fait partie des composés appelés oses. Il comporte une fonction aldéhyde : C₅H₁₁O₅ - CHO. Pour cette raison, il est réducteur :

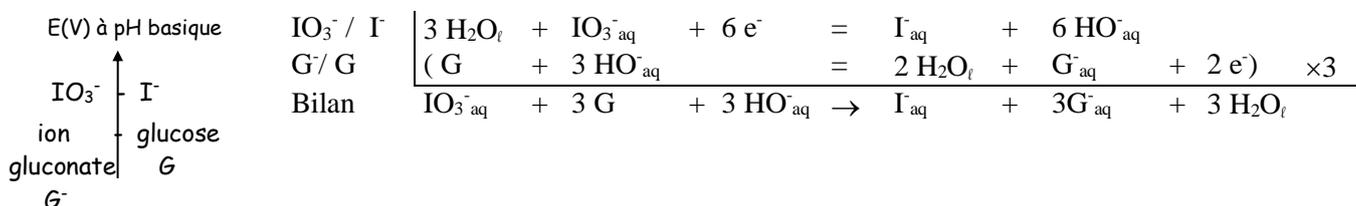
couple (acide gluconique / glucose) ou en milieu basique (ion gluconate / glucose).

Le glucose sera dosé par une solution de diiode en milieu basique et en excès (dosage en retour).

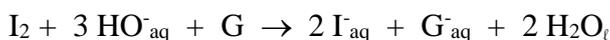
Equation-bilan (1) : En milieu basique, le diiode se dismute car il est à la fois oxydant et réducteur.



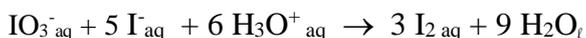
Equation-bilan (2) : Ce sont alors les ions iodate IO₃⁻ qui oxyderont le glucose.



On peut résumer les équations (1) et (2) en une seule équation-bilan :



Le diiode en excès réapparaît si l'on acidifie le milieu réactionnel. En effet, on produit alors la réaction inverse de la dismutation.



- Le diiode en excès est ensuite dosé par une solution d'ions thiosulfate.

II. Oxydation du D-Glucose

1. Peser exactement 3,2 g de poudre d'un sachet de réhydratation et faire la dissolution dans une fiole de 50,0 mL. On notera S cette solution.
2. Dans un erlenmeyer de 250 mL,
 - introduire 10,0 mL de S ;
 - 20,0 mL de solution de I₂ dans KI, de concentration approximative de 10⁻¹ mol.L⁻¹ ;
 - et 10 mL d'une solution de soude à 2,0 mol.L⁻¹.

Boucher l'erlenmeyer et agiter pendant 20 min.

Pendant ce temps, réaliser le titrage du III.

3. Ajouter au mélange 10 mL d'acide chlorhydrique à 2,0 mol.L⁻¹.
Soit S' la solution obtenue.

III. Titrage de la solution de I₂

4. Dans un erlenmeyer de 100 mL, introduire 10,0 mL de la solution de diiode préparée à l'aide de I₂ dans KI dans de l'eau distillée.
5. Titrer la solution par une solution de thiosulfate à 1,00.10⁻¹ mol.L⁻¹, en ajoutant de l'empois d'amidon proche de l'équivalence.

IV. Titrage du D-glucose contenu dans le sachet

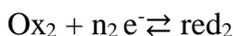
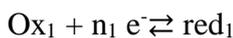
6. Titrer le diiode en excès contenu dans S' par la solution de thiosulfate à 1,00.10⁻¹ mol.L⁻¹, en ajoutant de l'empois d'amidon proche de l'équivalence

Données : Potentiels standard d'oxydoréduction en solution aqueuse (298 K)

Couple	E°(V)
I ₂ (aq) / I _(aq)	0,62
S ₄ O ₆ ²⁻ (aq) / S ₂ O ₃ ²⁻ (aq)	0,08

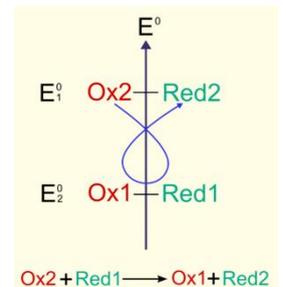
Complément

Une réaction d'oxydoréduction met en jeu 2 couples d'oxydoréduction.



La classification des couples d'oxydoréduction par leur potentiel permet de prévoir quelle réaction est possible. Elle ne peut se produire uniquement entre l'oxydant le plus fort d'un couple avec le réducteur le plus fort de l'autre couple.

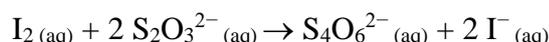
C'est la règle dite du «**gamma**» illustré par le schéma ci-contre :



Questions :

Etalonnage de la solution de diode

Q.1 Montrer que l'équation-bilan du titrage du diiode s'écrit :



Q.2 Noter et interpréter les changements de couleurs pendant le titrage.

Détermination de la masse du glucose libre

Q.3 Noter et interpréter les changements de couleurs observés pendant l'oxydation du glucose.

Q.4 Relever l'équation-bilan de la réaction entre le diiode et le glucose.

Q.5 Calculer la quantité de matière de diiode introduite.

Q.6 Déterminer la quantité de matière de diiode introduite en excès, c'est-à-dire celle qui a été titrée avec la solution d'ions thiosulfates.

Q.7 En déduire la quantité de matière de diiode ayant réagi avec le glucose.

Q.8 Déterminer la masse de glucose titrée.

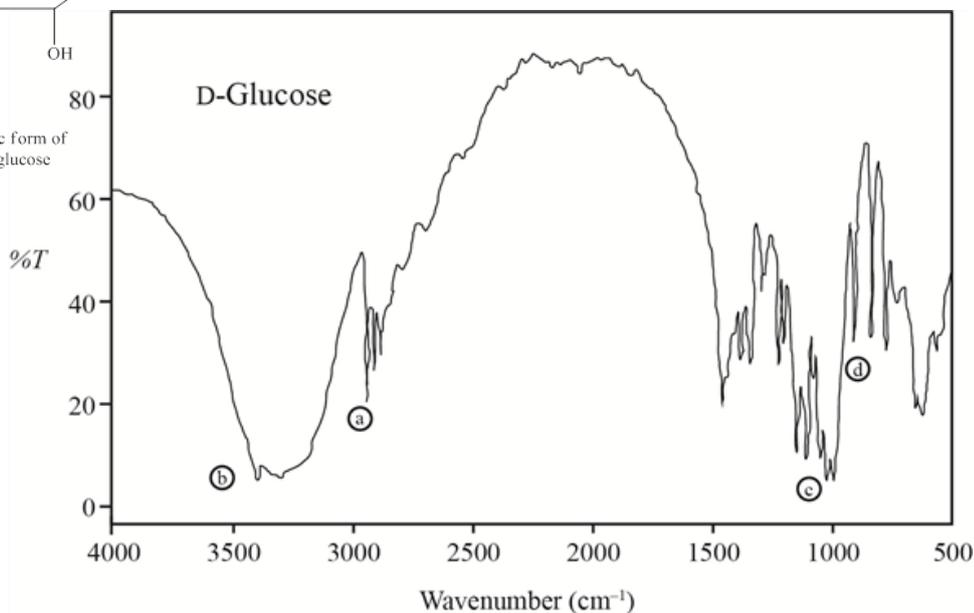
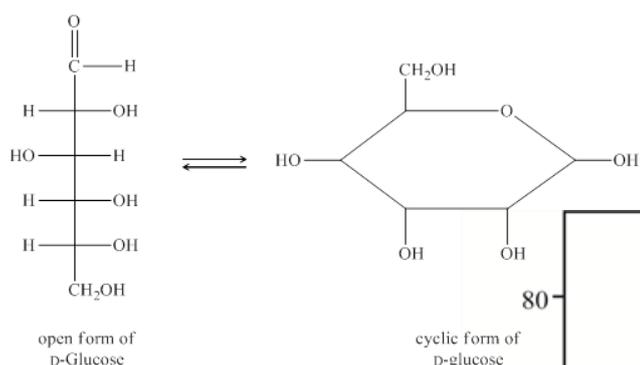
Q.9 En déduire la masse de glucose dans la solution S.

Q.10 Calculer la masse de glucose présente dans un sachet de poudre réhydratante. Commenter en se référant aux informations de la poudre de réhydratation.

Solution de soude à 2 mol/L	
NaOH	
Hazard statements	H314
Precautionary statements :	P305 + P351 + P338 + P310

Solution d'acide chlorhydrique à 2 mol/L	
HCl	
Hazard statements	H314 + H335
Precautionary statements :	P305 + P351 + P338 + P310

Solution de I ₂ dans KI à 0,1 mol/L	
I ₂	
Hazard statements	H315-H319
Precautionary statements :	P305 + P351 + P338



B. Acétylation du D-glucose

L'acétylation du D-glucose consiste en une estérification des groupement hydroxyde du D-glucose.

I. Mode opératoire

- Dans un ballon tricol équipé d'un système d'agitation magnétique, d'un réfrigérant à reflux et d'une ampoule de coulée, introduire 1,6 g d'acétate de sodium, 2g de D-glucose. Ajouter avec précaution 10 mL d'anhydride acétique, bien agiter.
- Porter le milieu réactionnel à reflux (ne pas chauffer de façon excessive (sur 6) pendant 1 h 30.
- Transvaser le contenu du réacteur encore tiède dans un bécher contenant environ 200 mL d'un mélange eau + glace.
- Filtrer sur büchner et laver abondamment (noter le volume) à l'eau froide en vérifiant l'efficacité du lavage.
- Bien essorer.
- Effectuer la purification de la totalité du produit brut. (noter la masse mise de côté pour Tf et IR)
- Sécher le produit purifié à l'étuve à 80°C : soit m' la masse de produit purifié sec.

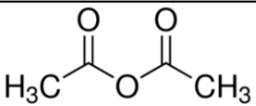
II. Analyses

- Mesurer la Température de fusion du produit purifié
- IR
- Masse théorique (justification avec détermination réactif limitant)

Données Tf glucose acétylé = 130-132°C

	Formule brute	Masse molaire (g.mol ⁻¹)	Densité	Température de changement d'état
D-Glucose	C ₆ H ₁₂ O ₆	180,16	-	T _{fus} = 179-181 °C
Acétate de sodium (<i>éthanoate de sodium</i>)	NaC ₂ H ₃ O ₂	82,03	-	T _{fus} = 208-214°C

Composés	Solubilité dans l'eau	Solubilité dans l'éthanol
D-Glucose	Très grande	grande
Anhydride acétique (<i>anhydride éthanoïque</i>)	Se décompose	Se décompose
Acétate de sodium (<i>éthanoate de sodium</i>)	Très grande	moyenne
Acide acétique (<i>acide éthanoïque</i>)	grande	grande
D-glucose acétylé	Très faible	Faible

anhydride éthanoïque CAS Number 108-24-7	
	 GHS06, GHS02, GHS05,
MW	102,9
Hazard statements	H226-H302-H314-H330
Precautionary statements :	P210-P260-P280-P304 + P340 + P310-P305 + P351 + P338-P370 + P378
density	$d_4^{20} = 1,08$
bp	139°C
Flash Point(C) :	49°C
Solubilité :	soluble dans l'éthanol, l'acétone, le chloroforme, l'éther diéthylique.
	Réagit avec l'eau en formant de l'acide éthanoïque

Ethanol	
CH ₃ CH ₂ OH	
MW	46 g/mol
Hazard statements	H225-H302-371
Precautionary statements :	P210-P260
bp	78°C

2) Questions sur le mode opératoire

Q 1 : Pourquoi transférer le milieu réactionnel dans de l'eau froide ?

Q 2 : Que cherche-t-on à éliminer lors des lavages ? Comment vérifier l'efficacité des lavages ?

Q 3 : Citer les critères de choix d'un bon solvant de recristallisation et en déduire le solvant ou le mélange de solvants le plus approprié pour effectuer cette recristallisation

III. Cahier de laboratoire

- Tableau des produits : sécurité et rejet
- Equation de réaction, masse théorique
- Suivi opératoire (masses réelles), penser aux durées, verrerie utilisée (volumes) et observations
- Rendement en produit purifié (expression et calcul)
- Analyses effectuées commentées

