

manip MC1 : Synthèses en chimie moléculaire  
incluant les manipulations sous gaz inerte  
(aménagement fonctionnel, construction de  
squelettes hydrogénocarbonés,...)

Léo Corne

March 2022

## 1 Introduction

### Friedel-Craft

Source : [F], BUP [https://bupdoc.udppc.asso.fr/consultation/article-bup.php?ID\\_fiche=20731](https://bupdoc.udppc.asso.fr/consultation/article-bup.php?ID_fiche=20731) // Drouin p228

**Gestes manipulateurs :**

- CCM
- ELL
- IR
- Indice de réfraction
- Lancement
- CPV
- Micro-extraction

**Remarques :** Pas de colonne ?

---

### Synthèse d'une Chalcone

Source : [F], Drouin p330

**Gestes manipulateurs :**

- Broyage
- IR, RMN, Tfus, CCM
- Recristallisation

**Remarques :** Sans solvant (chimie verte) // Jaune = n-pi\*

---

## Synthèse de l'acétate de benzyle : odeur de jasmin

**Source :** Gruber p403

**Gestes manipulateurs :**

- Dean-Stark
- Indice de réfraction
- ELL
- CCM
- IR
- RMN

**Remarques :** Hétéroazéotrope // Volume d'eau en Dean Stark // : On vérifie que les spectres IR et RMN obtenus expérimentalement correspondent à ceux présents sur la base de données SDBS. // Acide de Lewis comme activateur // Garde pour éviter formation de Cl<sub>2</sub>

---

## Etherification catalysée par une zéolithe

**Source :** Gruber p365

**Gestes manipulateurs :**

- Lavage
- Filtration
- IR
- CCM
- Banc Köfler

**Remarques :** On va ici activer l'électrophilie du carbone de l'alcool. Catalyse avec une réaction acido-basique avec acide et base de Lewis. On utilise de la zéolithe qui est une structure cristalline organisée composée en outre d'aluminium avec une lacune électronique sur laquelle va se faire la réaction acido-basique. La réaction se fait en surface (car les pores sont trop petits) (c'est pour ça que l'on a besoin de beaucoup de catalyseur.) // Zéolithes doivent être activées à 1000°C, donc normal que ça ne marche pas...

---

## Synthèse d'un éther par transfert de phase - Williamson

**Source :** Blanchard p169

**Gestes manipulateurs :**

- ELL
- RMN
- IR

**Remarques :** Exaltation de la nucléophilie (ne marche pas)

---

## Addition d'un organomagnésien

**Source :** [F], Fuxa p 49 / [http://perso.ens-lyon.fr/naia.corbineau/naia/fichiers/MC10\\_ORGA/MC10\\_Organomagnésien/PROTOCOLE.pdf](http://perso.ens-lyon.fr/naia.corbineau/naia/fichiers/MC10_ORGA/MC10_Organomagnésien/PROTOCOLE.pdf)

**Gestes manipulateurs :**

- Extraction Lavage
- CCM, IR

**Remarques :** Allongement squelette carboné

---

## Couplage de Suzuki

**Source :** Grüber p392

**Gestes manipulateurs :**

- Lancement
- CCM
- **Essorage**
- **Filtration**
- Banc Köfler
- Reristallisation

**Remarques :** Essorage et filtration importants, à bien comprendre. Allongement de la chaîne carbonée par couplage

---

## Epoxydation du citral

**Source :** Grüber p329

**Gestes manipulateurs :**

- ELL
- Filtration
- IR
- CPV
- CCM
- HUCKEL

**Remarques :** Régiosélective (Voir les orbitales) // Soude active  $H_2O_2$  // E= géranial, Z = néral

---

## Synthèse électrochimique d'un polymère

**Source :** Site de Lise [https://perso.ens-lyon.fr/lise.boutenegre/lise/fichiers/manip297\\_Protocole.pdf](https://perso.ens-lyon.fr/lise.boutenegre/lise/fichiers/manip297_Protocole.pdf)

**Gestes manipulateurs :**

- Electrolyse (electrosynthèse)

Remarques : 

---

## Réduction du camphre

Source : [F], Drouin p101

Gestes manipulateurs :

- ELL
- Polarimétrie
- CPV
- IR
- CCM
- Banc Köfler

Remarques : Utilisation d'une chromatographie de partage et influence du solvant (ethanol/methanol)

---

## Nitration du toluène

Source : Blanchard p135

Gestes manipulateurs :

- CPV
- ELL
- Filtration sur fritté
- Réfraction
- Lancement
- Lavage

Remarques : Seul toluène plus réactif

---

## Réduction de la 4-nitro-acétophénone - Sn

Source : JCE 1975 Vol 52 p668 / [http://perso.ens-lyon.fr/naia.corbineau/naia/fichiers/MC10\\_ORGA/MC10\\_Reduction\\_Nitro\\_acetophenone/JCE%20Reduction\\_paranitroacetophenone.pdf](http://perso.ens-lyon.fr/naia.corbineau/naia/fichiers/MC10_ORGA/MC10_Reduction_Nitro_acetophenone/JCE%20Reduction_paranitroacetophenone.pdf) Protocole [http://perso.ens-lyon.fr/naia.corbineau/naia/fichiers/MC10\\_ORGA/MC10\\_Reduction\\_Nitro\\_acetophenone/FICHE\\_Lisa.pdf](http://perso.ens-lyon.fr/naia.corbineau/naia/fichiers/MC10_ORGA/MC10_Reduction_Nitro_acetophenone/FICHE_Lisa.pdf) // Tim : [http://perso.ens-lyon.fr/timothee.chauvire/fichiers/Manipulations/chimie/Nitroacetophenone\\_Etain/Nitroacetophenone.pdf](http://perso.ens-lyon.fr/timothee.chauvire/fichiers/Manipulations/chimie/Nitroacetophenone_Etain/Nitroacetophenone.pdf)

Gestes manipulateurs :

- Essorage
- IR, RMN
- Banc Köfler
- Recristalisation

Remarques : \_\_\_\_\_

## Réduction de la 4-nitro-acétophénone - NaBH<sub>4</sub>

Source : Gruber

Gestes manipulateurs :

- CCM
- IR, RMN
- Indice de réfraction

Remarques : \_\_\_\_\_

## Couplage enzymatique par la peroxydase du raifort - vaniline

Source : Grüber p371

Gestes manipulateurs :

- Lancement
- CCM
- IR

- RMN
- Filtration
- Recristallisation

Remarques : 

---

## Déshydratation du méthylcyclohexanol

Source : [F], Blanchard p 193

Gestes manipulateurs :

- Lavage soude
- CPV
- IR
- ELL
- Distillation

Remarques : Attention diminuer la masse

---

## Oxydation du menthol en menthone par eau de Javel

Source : [F], Porteu-de Buchère p320

Gestes manipulateurs :


- ELL
- CCM
- indice de refraction
- test au KI
- IR

Remarques : Pour l'utilisation d'un composé naturel

[https://www.aly-abbara.com/utilitaires/calcul%20imc/calculatrice\\_degre\\_chlorometrique.html](https://www.aly-abbara.com/utilitaires/calcul%20imc/calculatrice_degre_chlorometrique.html)

---

## Polymérisation radicalaire du styrène (en émulsion)

Source :  [http://perso.ens-lyon.fr/naia.corbineau/naia/fichiers/MC10\\_ORGA/MC10\\_Synthese\\_du\\_polystyrene/FICHE.pdf](http://perso.ens-lyon.fr/naia.corbineau/naia/fichiers/MC10_ORGA/MC10_Synthese_du_polystyrene/FICHE.pdf) // Drouin p190

Gestes manipulateurs :

- Lavage
- Lancement
- Microscope
- ELL
- CCM

Remarques : L'émulsion va contrôler la polymérisation radicalaire et va induire des tailles de particules homogènes

---

## HWE

Source : , Blanchard p375

Gestes manipulateurs :

- Essorage
- Lavage
- lancement
- Recristallisation
- Banc Köfler
- RMN

Remarques : Solvant pour Purif // Attention quantité

---

## Corey Bakshy Shybata - Proline comme copule chirale

Source : Drouin p98 (manip 16)

**Gestes manipulateurs :**

- Lancement
- CCM
- ELL
- Polarimétrie

**Remarques :** Enantiosélectif, Gaz inerte // Ne marche pas mais sympa (expliquée dans le Drouin - Thorpe-Ingold)

---

## Formation de nanoparticules d'argent

**Source :** [\[F\]](https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ed084p322), <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ed084p322> // [http://perso.ens-lyon.fr/gabriel.balavoine/Lu/fichiers/Manipulations/Nanoparticules\\_argent.pdf](http://perso.ens-lyon.fr/gabriel.balavoine/Lu/fichiers/Manipulations/Nanoparticules_argent.pdf)

**Gestes manipulateurs :**

- Préparation de solution
- Synthèse des nanoparticules
- UV-vis

**Remarques :** Préparer  $\text{NaBH}_4$  devant le jury, car pas stable au cours du temps // Faire la stabilisation des particules // Peut être pas nécessaire car OR

---

## SNAr

**Source :** Grüber p305

**Gestes manipulateurs :**

- Colonne de chromatographie
- UV-Vis
- Fluorimétrie
- CCM
- Banc Köfler

**Remarques :** Ne pas faire une colonne trop longue, lent à éluer

---

## Luminescence d'un complexe de terbium-europium

**Source :** Grüber p157 // [http://perso.ens-lyon.fr/gabriel.balavoine/Lu/fichiers/Manipulations/luminescence\\_europium.pdf](http://perso.ens-lyon.fr/gabriel.balavoine/Lu/fichiers/Manipulations/luminescence_europium.pdf)

**Gestes manipulateurs :**

- UV-vis
- Fluorimétrie
- Essorage

**Remarques :** Retrouver les transitions

---

## Tosylation du citronellol

**Source :** [F], JCE 2013 Vol 90 p1231-1234

**Gestes manipulateurs :**

- Lancement
- CCM
- Chromatographie
- Caractérisations

**Remarques :** Activation de l'électrophilie du carbone

---

## Formation de semicarbazone sous contrôle cinétique ou thermodynamique

**Source :** [F] JCE 2017 Vol 94 p1383-1387

**Gestes manipulateurs :**

- Essorage
- CCM
- RMN

Remarques : 

---

## Synthèse de Nylon 10-6

Source : JFLM p119

Gestes manipulateurs :

- Lancement
- ELL
- Banc de traction

Remarques : 

---

## Gel superabsorbant à base de polyacrylate pour la capture du cuivre

Source : F, <https://doi.org/10.1021/ed086p347>

Gestes manipulateurs :

- Suivi cinétique
- UV-vis
- Microscope

Remarques : Trop bien ! Cinétique difficile à dire, mais quantification de la capacité d'absorption

---

## Autour de quelques ligands azotés / Jaune de Cobalt

Source : Grüber p232

Gestes manipulateurs :

- Lancement
- UV-vis
- Tanabe-Sugano
- IR

**Remarques :** Attention Jaune de cobalt ( $\text{NO}_2$ ) nécessite une modification : le gaz roux s'échappant du milieu réactionnel est du dioxyde d'azote (toxique par inhalation, polluant des voitures). On le réduit avec du thiosulfate de sodium dans une fiole de garde à la sortie du réfrigérant. Utiliser un Büchner car le fritté risque d'être souillé.

---

## Dédoublément racémique du nickel

**Source :** Girard p118

**Gestes manipulateurs :**

- Lancement
- Essorage
- Filtration
- Polarimétrie

**Remarques :**

---

## Dédoublément du binaphtol

**Source :** Annabelle + Drouin p396

**Gestes manipulateurs :**

- Essorage
- Lavage
- Polarimétrie

**Remarques :** Ne pas faire la synthèse (trop long)

---

## Aldolisation croisée : réaction d'un cinnamaldéhyde sur la propanone

**Source :** Blanchard p284

**Gestes manipulateurs :**

- IR
- Recristallisation
- Lancement
- Banc Köfler

**Remarques :** 

---

## Réaction de Biginelli

**Source :** [F], AC Mai 2009 Numéro p330 pages 42-49

**Gestes manipulateurs :**

- Lancement
- Recristallisation
- Banc Köfler
- IR

**Remarques :** GIGA TOP  

---

## Diels-Alder

**Source :** Annabelle : [https://perso.ens-lyon.fr/annabelle.peyronnet/annabelle/fichiers/manip489\\_Reaction\\_de\\_Diels\\_Alder\\_compressed.pdf](https://perso.ens-lyon.fr/annabelle.peyronnet/annabelle/fichiers/manip489_Reaction_de_Diels_Alder_compressed.pdf)  
// JCE 74 (1997)

**Gestes manipulateurs :**

- IR
- CCM
- Essorage
- Recristallisation
- Banc Köfler

**Remarques :** Orbitales sur le site de Raphael  

---

## Réaction de Cannizzaro

Source : Blanchard p301

Gestes manipulateurs :

- CPV
- ELL
- IR

Remarques : 

---

## Élimination décarboxylante de l'acide 2,3-dibromo-3-phénylpropanoïque

Source : Daumarie p 153

Gestes manipulateurs :

- Extraction
- indice de refraction
- IR

Remarques Influence du solvant eau ou butanone change produit majoritaire  

---