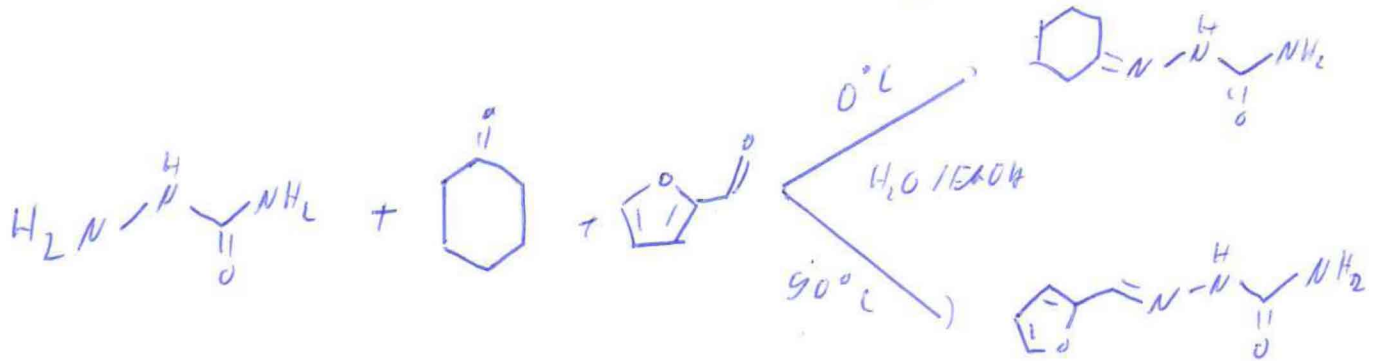


Formation de semi-carbazone sans contrôle cinétique ou thermodynamique

Bibliographie : SCE, Site lire

- Produits :
- Hydrochlorure de semi-carbazide
 - Cyclohexanone
 - DMSO deutéré
 - 3-Furaldéhyde
 - Ethanal à 95%
 - Acétate d'éthyle
 - Na_2HPO_4



Protocole : Préparation des solutions

- Dans un erlenmeyer de 250 mL, place 3g d'hydrochlorure de semi-carbazide et 5g de Na_2HPO_4
- Compléter avec 75 mL d'eau distillée
- Agiter jusqu'à dissolution totale et chauffer si besoin
- Appeler cette solution S_0
- Dans un erlenmeyer de 50 mL, mélanger 5 mL d'éthanal à 95%, 1,8 mL de cyclohexanone et 1,5 mL de 3-furaldéhyde (distillé) $\Rightarrow S_1$

Produit cinétique

- Dans un ballon de 50 mL, verser 12,5 mL de S_0
- Reposé avec un bain de glace
- Dans un erlenmeyer, introduire 3,7 mL de S_1
- Reposé avec un bain de glace

- Une fois les solutions froides, ajouter S_1 dans S_0 . Agiter pendant 5-10 min dans le bain de glace
- Filtrer et laver à l'eau
- Placer à l'étuve

Précipité thermodynamique

- Dans un ballon de 50 mL muni de refroidissant et d'une agitate de caoutchouc verser 12,5 mL de la solution S_0
- Chauffer à 80-90°C
- Introduire 3,7 mL de la S_1 dans l'agitate de caoutchouc
- Une fois chaude, verser S_1 dans le ballon
- Maintenir le chauffage et agitation pendant 10-15 min puis reprendre avec le bain de glace → Précipité
- Filtrer et laver le solide à l'eau
- Placer le solide à l'étuve

Caractérisation : Banc 1csples : Pointus 197°C $P_{théor} = 166^\circ\text{C}$

• IR

• RMN

• CCM dans acétate d'éthyle

Rq: Lavage à l'eau pour retirer les réactifs

• Imine \ominus stable avec cyclohexanone C + substitués, δ catène \rightarrow)

• semi-catoyène $C=N-NH-C=O$

E ↑	$\frac{BV}{-1,16\text{eV}}$	$\frac{BV}{1,14\text{eV}}$	$\frac{BV}{-0,36\text{eV}}$	$^1N R_2$
	$\frac{H_0}{-6,38\text{eV}}$	$\frac{H_0}{-6,66\text{eV}}$	$\frac{H_0}{-6,38\text{eV}}$	
	Formal	Carbonyls	Cyclohexanone	