

Rapport MC 1 : Oxydoréduction en synthèse organique

Manipulation imposée : Détermination du pK_a du BBT

Montage présenté par Mélanie Anizan

Correcteur : Madleen RIVAT

Plan :

1. Aménagement de fonctions par réaction d'oxydoréduction
Oxydation du menthol
2. Contrôle de la sélectivité des réactions d'oxydoréduction
Réduction sélective de la 4-nitroacetophénone

Remarques générales :

C'est un bon premier montage !

Malgré le stress du début, Mélanie a su répondre aux questions tout en manipulant.

Chaque manipulation était accompagnée d'une fiche de présentation, néanmoins il manquait les protocoles expérimentaux. Dans ce montage, c'est bien de calculer le nombre d'oxydation des composés mis en jeu. Les produits ont été bien caractérisés, mis à part la RMN qui n'a pas donné de beaux spectres.

Le plan et les manipulations sont bien choisis, elles permettent d'illustrer les deux types de réactions et apportent des choix de phases manipulatoires variées et nombreuses. Mélanie a dans l'ensemble bien maîtrisé ces phases de manipulation. Les paillasses étaient bien préparées avec les solutions et le matériel nécessaire déjà sorti, ça évite les pertes de temps pendant le montage c'est très bien.

Il reste encore à améliorer le discours général en s'appuyant sur des transitions entre chaque manipulation et des points clefs à aborder sur chaque partie.

Retour détaillé sur le contenu du montage :

Introduction : C'est le moment de définir le nombre d'oxydation (pourquoi pas en illustrer le calcul sur des exemples de molécules). Quand cela s'y prête, c'est bien d'ajouter un peu de culture chimique (dates et découvertes importantes, procédés industriels...). Ensuite, il faut présenter le plan et montrer la logique dans le choix de ces manipulations.

Manipulation 1 :

Phase de manip : CCM, lavage/extraction, mesure d'indice de réfraction

Hormis l'oubli de l'entonnoir pour l'ajout de $MgSO_4$, la phase de traitement était bien réalisée et la théorie était maîtrisée, de même pour la CCM. Pour l'indice de réfraction, il est important de régler

l'appareil en préparation afin d'être assez proche de la mesure à effectuer pour gagner du temps lors du montage. Ici, nous n'avons pas eu la valeur finale car Mélanie n'a pas réussi à régler l'appareil. Il faut également être bien au point sur le fonctionnement du réfractomètre (comme pour tout autre appareil).

Questions posées :

Comment fonctionne le papier iodo-amidoné et quel est le résultat attendu ?

Comment calculer la quantité de HClO^- introduit ? => par titrage redox

Principe des révélations CCM et questions sur le choix de l'éluant

A quelle grande famille appartient le menthol ? => C'est un monoterpénoïde

Quel est le lien entre la chiralité et la nomenclature (-) ou (+) ?

Quelle est la différence entre extraction et lavage ?

Comment se débarrasser d'une émulsion ? => avec une baguette en verre ou par ajout de NaCl saturée

Manipulation 2 :

Phase de manip : Filtration/lavage + mesure de T_{fus}

Attention aux retours d'eau lors des filtrations, il faut bien casser le vide avant d'éteindre l'eau. Dans un cas où on fait un premier lavage d'un solide avant de le redissoudre dans un autre solvant, il faut mieux utiliser le même fritté pour limiter les pertes de rendement. C'est mal vu de « gâcher » du produit. Pour le banc Köffler, il est préférable de faire l'étalonnage pendant la préparation mais il faut bien dire au jury que ce n'est pas l'utilisation optimale d'un banc Köffler et qu'en temps normal, l'étalonnage doit être fait juste avant la mesure.

Questions posées :

Quelle est la sélectivité et pourquoi l'observe-t-on ? => chimiosélectivité sûrement dû à des effets cinétiques

Quels sont les espèces mise en jeu dans la réaction ? Retrouve-t-on du Sn(0) en fin de réaction ? Toxicité de l'étain ?

Comment fonctionne une trompe à eau ? => La trompe à eau est composée d'un corps cylindrique creux, d'une prise d'aspiration latérale (perpendiculaire à l'axe de la trompe) ainsi qu'un système de fixation permettant de relier la trompe à un robinet d'eau. Le corps creux possède une section resserrée au niveau de la prise d'aspiration, ce qui permet de créer une dépression par **effet Venturi** et qui conduit au phénomène d'aspiration.

Comment fonctionne le banc Köffler et pourquoi l'étalonner ?

Conclusion : La conclusion sert à faire le bilan sur le montage et rappeler l'utilité de ces manipulations. Il faut également faire une ouverture sur un sujet proche en fin de montage.

Manipulation imposée :

Phase de manip : préparation d'une solution dans une fiole jaugée (avec prélèvement à la pipette jaugée), mesure d'un spectre d'absorption, traitement de donnée

Attention à bien utiliser une pipette jaugée et ne pas s'accroupir à côté de la paillasse pour ajuster le trait de jauge.

Mélanie a placé cette manipulation dans un contexte scolaire en expliquant les apports de cette manipulation au lycée. Il faut bien considérer les aspects sécurité mais aussi financier lorsque vous considérez qu'une manipulation est faisable ou non en lycée.

Il ne faut pas hésiter à modifier quelques parties du protocole si cela vous semble nécessaire. Par exemple, la dilution peut influencer le pH des solutions (dilution par 10 d'une solution tampon), une mesure au pH-mètre pourrait permettre d'avoir une valeur plus juste.

Questions posées :

Comment choisir les concentrations ainsi que le matériel utilisé ?

Quel est la loi de Beer-Lambert ? => pas abordée dans le montage mais les limites d'application sont souvent demandées

Pourquoi faire un blanc dans la même cuve que celle utilisée pour la mesure ? => s'affranchir de l'absorbance de l'ensemble [cuve + solvant]

Quel est le lien entre la structure d'un composé et la longueur d'onde d'absorption maximale ? => Dans ce cas, la transition observée est une transition π - π^* . Plus le système π d'une molécule est étendu, plus l'énergie entre ses orbitales π et π^* est faible et donc plus la longueur d'onde maximale d'absorption augmente. Pour le BBT, la forme basique a bien un système π plus étendu.

Quels sont les sources d'incertitudes ? => la plus grande est sur les concentrations et non sur l'absorbance.