

Manipulation 493 : Contrôle thermo/contrôle cinétique

Matériel et produit :

- Hydrochlorure de semi-cabézide (CAS = 563-41-7)
- NaHPO_4 (CAS = 7558-79-4)
- 2-furaldéhyde (CAS = 98-01-1)
- EtOH à 95%
- Cyclohexnone (CAS = 108-94-1)
- DMSO-d^6 (CAS = 2206-27-1)
- EtOAc

Protocole :

Préparation des solutions :

Dans un erlenmeyer de 250mL (S_0), ajouter :

- 3g de hydrochlorure de de semi-carbézide
- 5g de Na_2HPO_4
- 75mL d'eau

Agiter jusqu'à dissolution totale

Distiller si besoin le 2-furaldéhyde

Dans un erlenmeyer de 50mL (S_1), ajouter :

- 9mL d'EtOH
- 1,8mL de cyclohexanone
- 1,5mL de furaldéhyde

Synthèses :

1)

Dans un ballon de 50mL, ajouter :

- 12,5mL de S_0
- 0,6mL de cyclohexanone (pipette graduée) dans 3mL d'EtOH à 95%

Agiter pendant 10min à température ambiante puis refroidir à l'aide d'un bain d'eau glacée

Essorer le solide, laver à l'eau puis sécher à l'étuve dans un récipient taré (P1)

2)

Dans un ballon de 50mL, ajouter :

- 12,5mL de S_0
- 0,5mL de fraldéhyde (pipette graduée) dans 3mL d'EtOH à 95%

Agiter pendant 10min à température ambiante puis refroidir à l'aide d'un bain d'eau glacée

Essorer le solide, laver à l'eau puis sécher à l'étuve dans un récipient taré (P2)

3)

Dans un ballon de 50mL, ajouter 12,5mL de S_0 et refroidir dans un bain d'eau glacée

Dans un erlenmeyer de 10mL, ajouter 3,1mL de S_1 et refroidir

Contrôler la température, une fois les 2 solutions refroidies à environ 0°C, ajouter S_1 dans S_0 et agiter 5-10min ($T =$)

Essorer le solide, laver à l'eau puis sécher à l'étuve dans un récipient taré (P3)

4)

Dans un ballon tricol de 50mL, muni d'un réfrigérant et d'une ampoule de coulée, ajouter 12,5mL de S_0 et chauffer à 80-90°C, contrôler T

Ajouter 3,1mL de S_1 dans l'ampoule de coulée.

Une fois 80°C atteint, ajouter goutte-à-goutte la solution.

Agiter pendant 15min, puis refroidir dans un bain d'eau glacée

Essorer le solide, laver à l'eau puis sécher à l'étuve dans un récipient taré (P4)

5)

Dans un ballon de 50mL, ajouter :

- 1mL d'EtOH
- 150mg de P1
- 5mL d'eau
- 0,15mL de furaldéhyde

Agiter pendant 30min à 80°C, puis refroidir dans un bain d'eau glacée

Essorer le solide, laver à l'eau puis sécher à l'étuve dans un récipient taré (P5)

Caractérisation :

IR et T_{fus} de P1 (165-167°C) et P2 (197-198°C)

RMN dans DMSO d_6 (ou $CDCl_3$) de chaque produit

CCM (éluant AcOEt 100%) :

- Cyclohexanone, codépot et P1
- Furaldéhyde, codépot et P2
- P1 à P5 et codépot