

Synthèse d'une chalcone

Manon LECONTE - ENS de Lyon

Dernière mise à jour : 6 avril 2020

Mots-clé : synthèse sans solvant, chalcone, chimie verte.

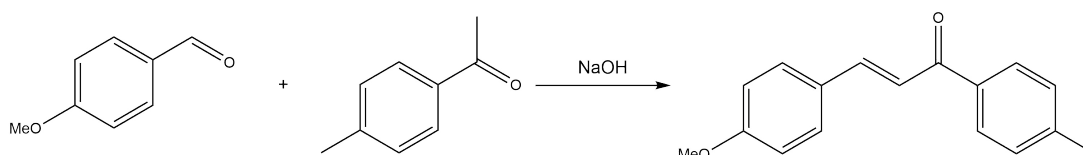
Niveau : L1

Biblio : Drouin, *Manipulations commentées de chimie organique* (n° 90)

Durée : 1 h

Phases de manipulations :

- recristallisation ;
- point de fusion ;
- filtration ;
- CCM.



Objectifs – Comprendre l'intérêt d'une synthèse sans solvant

Produits	CAS	<i>M</i> [g/mol]	<i>d</i>	Précautions/sécurité
<i>p</i> -anisaldéhyde	123-11-5	136,15	1,119	Nocif.
4'-méthylacétophénone	122-00-9	134,18	1,005	Nocif si ingestion.
NaOH		40,00		Irritant.
Ethanol (95%)			0,789	Très inflammable.
Ether			0,713	Irritant.
Cyclohexane			0,779	Toxique si inhalation, irritant et inflammable.

Matériel sur la paillasse

- **Pour la CCM** : 1 cuve + 1 plaque + 1 capillaire + 3 béchers + cyclohexane + éther + acétone ;
- **Pour la recristallisation** : 1 ballon + 1 olive + 1 chauffe-ballon + 1 réfrigérant + Ethanol à 95% ;
- **Pour la filtration** : 1 verre fritté + 1 fiole de garde + 1 baguette en verre + 1 canne magnétique + 1 pissette d'eau distillée + 1 éprouvette.

Protocole

Synthèse sans solvant

Dans un mortier, placer 0,61 mL de *p*-anisaldéhyde, 0,67 mL de 4'-méthylacétophénone et 200 mg de soude. Broyer pendant 10 min jusqu'à ce que le mélange solidifie et ait une belle couleur sable.

Ajouter 10 mL d'eau distillée, puis filtrer sur verre fritté. Rincer avec 5 mL d'eau deux fois. Laisser sécher pendant 10 min.

Synthèse avec solvant

Réaliser les mêmes opérations dans un ballon sous agitation à température ambiante pendant le même temps, sans broyer dans un mélange 5 mL d'éthanol + 5 mL d'eau.

Recristallisation

Avec de l'éthanol à 95%, environ 6 mL/g de produit brut.

Élimination des déchets

Au bidon de récupération des solvants.

Caractérisations

CCM

Eluant : cyclohexane/éther 2 :1

Révélation : UV

Remarque – La tache la moins éluee correspond au produit de dégradation de l'aldéhyde en acide carboxylique.

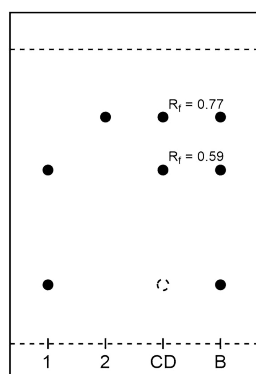


Figure 1 – CCM avec le produit brut.
1 : *p*-anisaldéhyde, **2** : 4'-méthyl-
 acétophénone, **CD** : co-dépôt, **B** : brut.

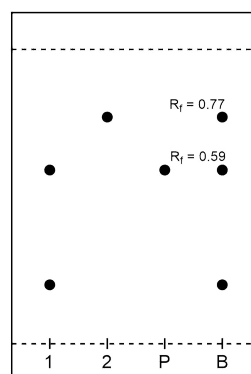


Figure 2 – CCM avec le produit recrystal-
 lisé.
1 : *p*-anisaldéhyde, **2** : 4'-méthyl-
 acétophénone, **P** : produit recristallisé,
B : brut.

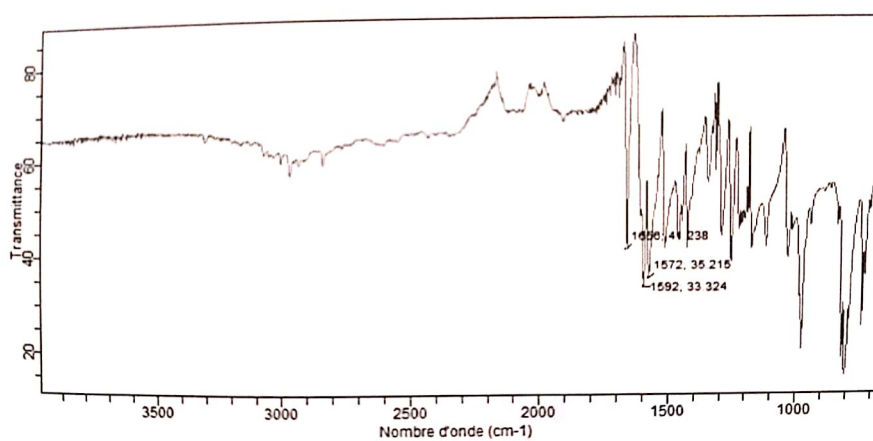
Point de fusion

$$T_{fus,th} = 94-96\text{ }^{\circ}\text{C}$$

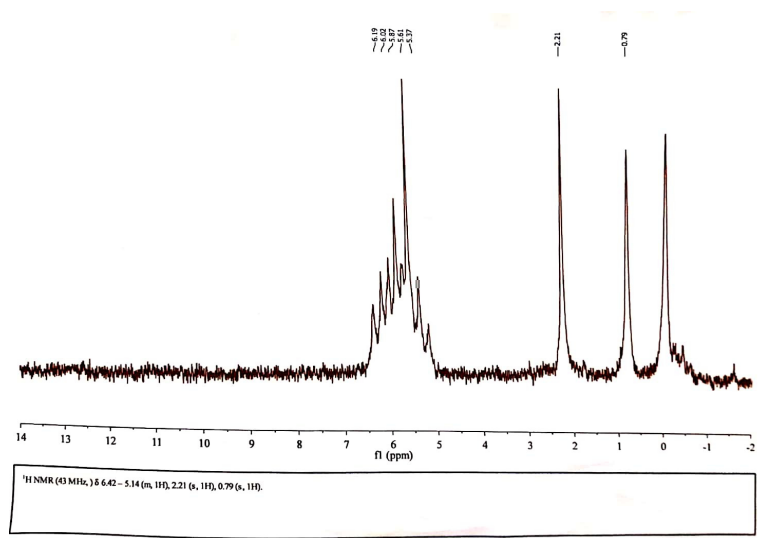
Sans solvant $T_{fus,brut} < 80\text{ }^{\circ}\text{C}$; $T_{fus,recris} = 98\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Avec solvant $T_{fus,brut} < 80\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Spectre IR

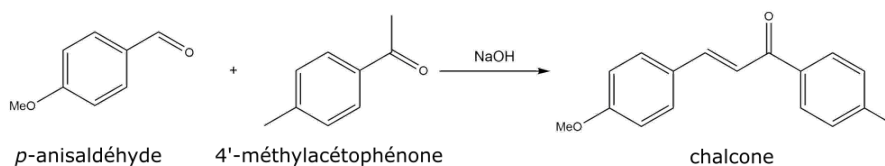


Spectre RMN



Fiche récap

Synthèse d'une chalcone avec et sans solvant



Objectif : Comprendre l'intérêt d'une synthèse sans solvant.

Données : $T_{\text{fus}} = 94-96^{\circ}\text{C}$

Résultats obtenus : AE = 0,82

Sans solvant : $\rho > 100\%$

$T_{\text{fus,brut}} < 80^{\circ}\text{C}$: impur

$T_{\text{fus,recris}} = 98^{\circ}\text{C}$: mouillé

Avec solvant : $\rho = 15\%$

$T_{\text{fus}} < 80^{\circ}\text{C}$: impur