

TRAVAUX PRATIQUES CHIMIE ORGANIQUE 3

Les manipulations présentées peuvent être associées aux leçons de chimie suivantes :

- 2. Séparations, purifications, contrôles de pureté (Lycée)
- 3. Polymères (Lycée)
- 4. Chimie durable (Lycée)
- 6. Stratégies et sélectivités en synthèse organique (Lycée)
- 9. Caractérisations par spectroscopie en synthèse organique (Lycée)
- 10. Du macroscopique au microscopique dans les synthèses organiques (Lycée)
- 12. Molécules de la santé (Lycée)
- 25. Optimisation d'un procédé chimique (CPGE)

1. Réaction sans solvant (synthèse d'une chalcone)

Référence : *Manipulations commentées de chimie organique*, Jacques Drouin, manipulation 90.

Réaction : condensation de Claisen-Schmidt (sous-classe des réactions d'aldolisation-crotonisation).

Techniques : synthèse sans solvant, filtration/lavage, recristallisation.

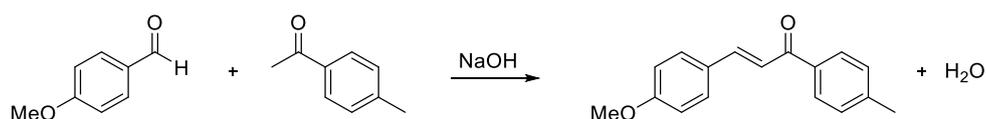
Caractérisations : point de fusion, IR, CCM, RMN.

Durée : 1 h.

Leçons associées :

- 2. Séparations, purifications, contrôles de pureté (Lycée)
- 4. Chimie durable (Lycée)
- 6. Stratégies et sélectivités en synthèse organique (Lycée)
- 10. Du macroscopique au microscopique dans les synthèses organiques (Lycée)
- 12. Molécules de la santé (Lycée)

Mode opératoire.



Réactifs	M.M.	T_f (°C)	d	Sécurité
<i>p</i> -Anisaldéhyde	136,15	-1	1,119	H302 P301 + P330 + P331
4'-Méthylacétophénone	134,18	22-24	1,005	H302
Éthanol 95%	46,07	-	0,789	H225 P210
Éther diéthylique	74,12	-116	0,713	H319 P305 + P351 + P338
Hydroxyde de sodium	40,00	318	-	H314 P280-P305 + P351 + P338-P310

Dans un mortier, placer 680 mg (5,0 mmol) de *p*-anisaldéhyde, 670 mg (5,0 mmol) de 4'-méthylacétophénone et 200 mg (5,0 mmol) de NaOH solide. Broyer le mélange pendant environ 5-10 min jusqu'à ce que mélange se solidifie et se morcelle en petits fragments.

Ajouter 10 mL d'eau distillée et mélanger le tout soigneusement en délogant le solide se trouvant sur les parois du mortier à l'aide du pilon ou d'une spatule.

Filtrer la suspension à l'aide d'un verre fritté.

Rincer le mortier et le pilon avec 5 mL d'eau distillée qui sont aussi filtrés. Laver le solide avec une nouvelle portion de 5 mL d'eau distillée, tasser à l'aide d'un tampon et laisser sécher sous pression réduite pendant 10 min.

Résultats.

Masse de produit brut de réaction : $m = 1,50$ g soit 118 % de la masse théorique (1,26 g). $T_f = 78$ °C.

CCM. Éluant : pentane/éther 2/1. Révélation UV. $R_f = 0,30$ (*p*-anisaldéhyde), 0,42 (4'-méthylacétophénone), 0,33 (chalcone).

Purification (30 min).

Recristalliser le solide dans l'éthanol à 95 %. Environ 6 mL/g de produit brut.

$m = 0,92$ g (poudre jaune brillante). Rdt = 70 %, $T_f = 94$ °C (litt. 94-96 °C).

Caractéristiques spectrales.

IR : 3003 (f), 2967 (f), 2933 (f), 2839 (f), 1655 (F), 1604 (FF), 1595 (FF), 1572 (F), 1510 (F), 1292 (F), 1252 (F), 1223 (F), 1173 (F), 1035 (F).

RMN : 2,42 (s, 3H), 3,84 (s, 3H), 6,92 (d, $J = 8,6$ Hz, 2H), 7,28 (d, $J = 7,9$ Hz, 2H), 7,40 (d, $J = 15,6$ Hz, 1H), 7,58 (d, $J = 8,6$ Hz, 2H), 7,76 (d, $J = 15,6$ Hz, 1H), 7,91 (d, $J = 7,9$ Hz, 2H).

Questions auxquelles il faut savoir répondre (peuvent être posées à l'oral ou à l'écrit).

- Donner le mécanisme de cette réaction.
- Quelles sont les rôles d'un solvant ? Ses propriétés ?
- Pourquoi faut-il broyer ?
- Quel est le rôle de la soude ?
- À quoi servent les lavages à l'eau ?
- Quel est le principe d'une recristallisation ?

2. Autour des polymères

Références : *Kit Nylon*, Jeulin.

Kit polymère biodégradable, Jeulin.

Polyacide lactique, travaux pratiques de physique chimie seconde, première, terminale.

Réactions : synthèse de polymères.

Technique : synthèse.

Caractérisation : IR.

Durée : 2 h.

Leçons associées :

- Polymères (Lycée)
- Caractérisations par spectroscopie en synthèse organique (Lycée)
- Du macroscopique au microscopique dans les synthèses organiques (Lycée)
- Optimisation d'un procédé chimique (CPGE)

Mode opératoire : synthèse du Nylon (polyamide) par polycondensation.

Le kit se compose de :

- trois flacons :
 - le flacon A contient 250 mL d'une solution aqueuse d'hexaméthylènediamine.
 - le flacon B contient 250 mL d'heptane
 - le flacon C contient du chlorure de sébacyle
- un agitateur en verre
- 5 pipettes en polyéthylène

Préparation de la solution A : verser 50 mL de la solution A dans un bécher.

Préparation du mélange B+C : verser 50 mL de solution B dans un bécher, ajouter 30 gouttes (0,8 mL) de solution C, mélanger soigneusement et utiliser la solution dans les 5 minutes qui suivent la préparation.

Réalisation du fil de nylon : verser lentement et régulièrement le mélange B+C (phase organique) sur la solution A (phase aqueuse) en inclinant les béchers pour éviter les remous. Un film de nylon 6-10 se forme immédiatement à l'interface. Tirer au fur et à mesure le film de polymère formé à l'interface entre les deux solutions, le filament de nylon peut être enroulé sur une baguette en verre. Laver le polymère à l'eau avant de le toucher.

Mode opératoire : synthèse d'un polymère biodégradable à base d'amidon de maïs (polysaccharide).

Préparer un bain-marie à une température de 90 °C.

Dans un bécher de 100 mL, peser 2,5 g d'amidon de maïs. Ajouter 2 mL de glycérol. Ajouter trois gouttes de colorant alimentaire liquide, 20 mL d'eau distillée et 3 mL d'acide chlorhydrique 0.1 M tout en agitant. Chauffer la préparation au bain-marie à une température de 90 °C jusqu'à épaississement (15 min environ).

Ajouter hors du bain-marie 3 mL d'une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium 0.1 M sous agitation, puis verser le contenu du bécher dans une boîte de Pétri en verre préalablement graissée qui sera placée 1 h à l'étuve.

Mode opératoire : synthèse d'un acide polylactique (polyester).

Dans un bécher en plastique, placer 10 mL d'acide lactique. Ajouter deux gouttes d'acide sulfurique concentré. Chauffer pendant 30 min à une température de 100 °C. En refroidissant, le mélange se solidifie et reste transparent.

Il est possible de mettre en évidence le caractère biodégradable en ajoutant de l'eau et en chauffant légèrement.

Questions auxquelles il faut savoir répondre (peuvent être posées à l'oral ou à l'écrit).

- a) Quels sont les principes d'obtention des différents polymères ? Si nécessaire préciser le mécanisme réactionnel.
- b) Justifier les conditions expérimentales utilisées
- c) Commenter les avantages de chaque polymères du point de vue de la chimie verte.
- d) Donner des exemples d'utilisation de chaque polymère.
- e) Justifier leurs caractères biodégradables.