

Université Mohamed Khaidar - Biskra

Faculté de science et technologie

Département de chimie industrielle



Polycopie Travaux Pratiques

En chimie organique 2^{me} année génie des procédés



Dr.KERBAB Khawla

Sommaire

- I. Introduction générale
- II. Génialités sur le contenu pédagogique
 - II.1. Le but des travaux pratiques
 - II.2. Les travaux pratiques programmés pour le S2
 - II.3. La méthode générale pour réaliser une expérience au laboratoire
 - II.4. Le protocole pour écrire un compte rendu
 - II.5. La méthode d'évaluation
- III. Les travaux pratiques programmés
 - III.1. Synthèse d'un principe actif : l'aspirine (réaction d'estérification)
 - III.2. Synthèse de l'acide benzoïque (réaction d'oxyde- réduction)
 - III.3. Synthèse du savon solide (réaction de saponification)
 - III.4. Synthèse et purification par distillation du 2-chloro-2methylpropan (réaction de substitution)
 - III.5. Hydro distillation des huiles essentielles du Romarin (distillation par entrainement à la vapeur)
 - III.6. Extraction de la cellulose
 - III.7. Préparation du gel hydro-alcoolique
- IV. ANNEXE
- V. REFERENCES

Introduction générale

INTRODUCTION GÉNÉRALE

I. Introduction générale

La chimie organique est le domaine de la chimie des composés du carbone d'origine naturelle ou synthétique cette discipline étudie en particulier leur structure chimique, leurs propriétés et leurs méthodes de préparations [1] ;

Les travaux pratiques de la chimie organique programmés aux étudiants du deuxième année L2 chimie industrielle et chimie pharmaceutique en S4 ; sont basés essentiellement sur l'étude de la préparation des divers composés chimiques et molécules actifs [2]. ces composés bioactifs sont des substances pures ont un effet thérapeutique ou préventif dont leur structure chimique est bien connue et obtenus avec des méthodes différentes . Il est possible d'obtenir certains composés par extraction d'une source naturelle renouvelable ou à partir de bactéries ou de cellules génétiquement modifiées. En revanche, pour des molécules simples, la synthèse chimique [3] est souvent la voie la plus efficace. Entre les deux dernières solutions, il existe la voie de l'hémisynthèse [4] : on extrait un précurseur du principe actif d'une source naturelle renouvelable, puis on le transforme chimiquement pour obtenir la molécule désirée³.

Ce domaine a permis d'obtenir plus d'un million des composés chimiques ayant une importance économique et applicable dans différents secteurs industriels comme :

La pharmacie, qui élabore les principes actifs des médicaments (analgésiques, antibiotiques, etc)

La parachimie, dont les produits possèdent des propriétés bien connues du grand public (détergents, savons, encres, produits de beauté, colles...)

La chimie lourde, qui assure la fabrication des matières plastiques et du caoutchouc.

La chimie fine, qui élabore des molécules plus complexes et en volume de production plus restreint.

Génialités sur le contenu pédagogique

GENIALITES SUR LE CONTENU PEDAGOGIQUE

II.1. L'objectif de cette série des travaux pratiques

L'objectif principal de ce module est de fournir aux étudiants les éléments principaux de la réactivité des grandes familles de fonctions de la chimie organique (hydrocarbures benzéniques, organométalliques, alcools, amines, aldéhydes, cétones, acides carboxyliques et dérivés). Les bases de la réactivité seront abordées sur ces grandes classes de fonctions afin de continuer à familiariser les étudiants avec les concepts de mécanismes et de réactivité (substitutions, éliminations, additions) en lien avec les grandes fonctions de la chimie organique : hydrocarbures benzéniques, organométalliques, alcools, amines, aldéhydes, cétones, acides carboxyliques et dérivés ;-TD : exemples d'application du cours ;-TP : six séances de TP permettront de :

- Réaliser et suivre une réaction chimique (synthèse ou extraction) utilisant une fiche technique au laboratoire
- Savoir travailler au matériel du laboratoire (préparer un montage à reflux, mesurer le point de fusion, sécher par le rotavapor ...)
- Connaître les différentes étapes de synthétiser ou extraire un composé chimique (préparation, purification et contrôle de qualité)

II.2. Les travaux pratiques programmées pour le S4/L2

La série des TP proposés est la suivante :

1. La synthèse d'un principe actif acide acétylsalicylique
2. La synthèse de l'acide benzoïque
3. La synthèse du dichloropropan-2-ol
4. La préparation du savon solide à chaud
5. Extraction à l'entraînement à la vapeur
6. L'Extraction de la cellulose à partir du coton
7. Préparation de la solution hydro alcoolique (forme gel et aqueuse)

Les prés requis



L'étudiant doit connaître les notions de basé étudiant en tronc commun (L1 : trc) ;
la préparation des solutions chimique par pesés utilisant la balance analytique.

Le Prés teste



Quelle est la verrerie utilisée pour prendre un volume de solution chimique bien précis ??!

II. 3. La méthode générale pour réaliser une expérience au laboratoire

Pour réussir une expérience au labo de chimie il faut bien suivre une démarche scientifique et une méthode qui guide la production des connaissances scientifiques et permet d'améliorer la compréhension par ;

1. La préparation d'une fiche technique en résumant les parties de l'expérience chimique ;
2. La Discussion avec le responsable le professeur et prenez les différents notes et remarques ;
3. Le Suivit des différentes étapes pour réaliser l'expérience réaliser le montage suivre la reaction chimique et noter les observations ;
4. Et enfin la rédaction du compte rendu y-compris les résultats obtenus.

II.4. Le protocole pour écrire un compte rendu

Pour rédiger un compte rendu de TP bien structuré, clair et scientifiquement correct, l'étudiant doit suivre une démarche certaines règles de présentation, qui sont résumées ci-dessous :

1. Introduction

Historique concernant la molécule ou la réaction étudiée, ses propriétés...

2. Mécanisme de la réaction

Ecrire l'équation bilan de la transformation pour chaque réaction étudiée, accompagnée du mécanisme détaillé.

3. Protocole expérimentale

- **Les produits et matériels utilisés**
- **Mode opératoire**

L'étudiant doit décrire les différentes étapes qu'il a suivi pour pouvoir réaliser sa Synthèse (reflux, changements de couleur, cristallisation, décantation, filtration, lavage,

Recristallisation, distillation...). Il doit montrer qu'il a bien compris le travail qu'il a Entrepris au laboratoire.

Il est préférable de décrire la manipulation par des schémas afin d'éviter les redites et les explications inutiles.

4 . Tableau des données et résultats

C'est un tableau récapitulatif des caractéristiques chimiques des réactifs et produits ;

	Réactif 1	Réactif 2	Produit
Formule brute			
Masse molaire			
Densité			
Nombre de moles			
Points de fusion ou d'ébullition (expérimentaux et théoriques)			
Masse théorique du produit			
Masse expérimentale du produit (brut et purifié)			
Rendement (produit brut et purifié)			

5. Rendement d'une synthèse

Le rendement d'une synthèse est le rapport entre la quantité de matière de produit obtenue expérimentalement et la quantité de matière théoriquement attendue.

$$\text{Rdt} = (\text{masse expérimentale} \setminus \text{masse théorique}) \times 100$$

Le rendement est inférieur à 100%, car il peut y avoir des réactions secondaires, qui consomment inutilement les réactifs et il peut y avoir des pertes dans chaque étape de la manipulation (lors de la séparation, la purification, le séchage...).

6. Contrôle de qualité

L'étudiant doit montrer les techniques de contrôle qualité pour

7. Questionnaire :

L'étudiant doit répondre aux questions posées.

II.5. Evaluation finale

Cette tâche est basée sur deux critères essentiels (figure 1) :

1. La façon de rédiger et présenter les résultats ;
2. Un questionnaire de compréhension oral et la note finale sera la moyenne entre eux dont :

Le compte rendu -----70%

Le test oral -----30%

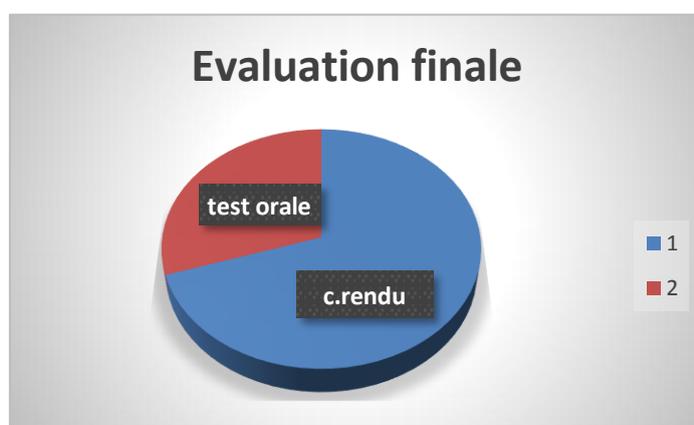
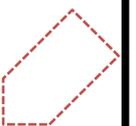


Figure1 : l'évaluation finale.

Les travaux pratiques programmées

2023-2024



TP N° 1

SYNTHESE D'UN PRINCIPE ACTIF : L'ASPIRINE

(REACTION D'ESTERIFICATION)

But

Le but majeur de ce TP est :

- L'hémi synthèse (synthèse à partir des produits déjà élaborés) d'un principe actif : l'aspirine au laboratoire.
- La purification est le contrôle qualité du produit obtenu.

Introduction

L'aspirine est le nom commercial de l'acide acétylsalicylique inventé par les laboratoires Bayer [5]. Elle fait partie des médicaments les plus fréquemment prescrits (AINS). Cette molécule est à la fois **analgésique périphérique**, indiquée dans la prise en charge de la douleur d'intensité faible à modérée d'origine variée, **antipyrétique**, **anti-inflammatoire** à forte dose (6 grammes maximum par jour, à répartir en 3 ou 4 prises espacées de 4 heures minimum), **antiagrégant plaquettaire** [6] à faible dose (moins de 300 mg/jour), L'aspirine agit en inhibant la synthèse des prostaglandines par son action sur les cyclo-oxygénases (COX 1 et COX 2). De son mode d'action [7] sur l'inhibition de la synthèse des prostaglandines, découlent directement la majorité des effets indésirables (notamment digestifs, hémorragiques), des précautions d'emploi que nécessite le traitement et des contre-indications liés à la prise d'aspirine.



Principe

La formation de l'acide acétylsalicylique (ou aspirine) se fait, selon le schéma réactionnel (figure 2). Le mécanisme de la réaction d'acétylation [8] implique une addition nucléophile de l'oxygène du phénol sur le groupe carbonyle de l'anhydride d'acide, suivie d'une fragmentation de l'intermédiaire formé.

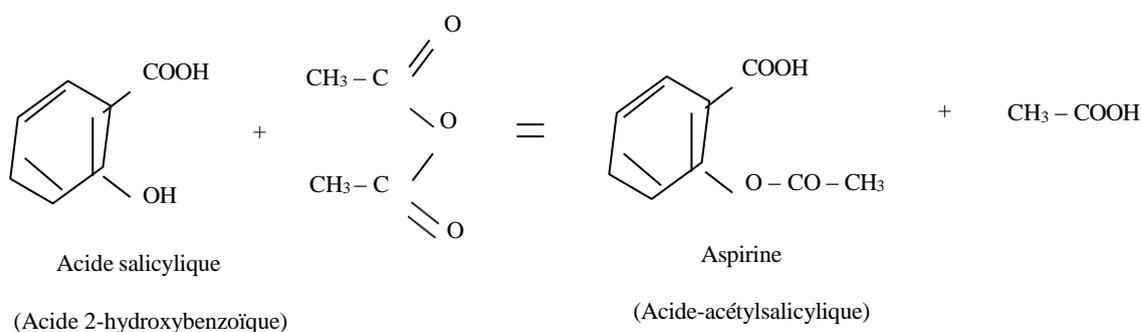


Figure 2 : Le mécanisme de la réaction d'acétylation

Le dérivé acétylé de l'acide salicylique obtenu est l'acide 2-acétyl-oxy-benzoïque couramment appelé acide acétylsalicylique et qui est commercialisé sous le nom d'aspirine.

Mode opératoire

1. La Synthèse du produit

- Préparer un montage à reflux avec refroidissement à eau.
- Introduire dans un ballon de 250 mL (bien sec) :
 - ✚ 5 g d'acide salicylique sec.
 - ✚ 11 ml d'anhydride acétique mesuré à l'éprouvette graduée.
 - ✚ 1 ou 2 pierres ponce. Bien agiter le mélange. Mettre à chauffer (50-60°C).

On doit observer une dissolution totale de l'acide salicylique.

- ✚ Ajouter 3 ou 4 gouttes d'acide sulfurique concentré, sous agitation.

Maintenir le mélange au reflux, à cette température, pendant (au moins) 20 mn. Un solide blanc apparaît et le produit s'épaissit très vite. Laisser refroidir à température ambiante.

- ✚ Ajouter 25 mL d'eau glacée. Agiter le mélange. Refroidir dans un bain d'eau glacée.
- ✚ Filtrer sur Büchner. Essorer puis laver abondamment à l'eau glacée.
- ✚ Essorer entre chaque lavage. Sécher sur papier filtre.

2. Purification par recristallisation

La purification du produit synthétisé est basée sur la méthode de Recristallisation :



- Dissoudre le produit dans le minimum d'éthanol (environ 10 mL) en chauffant avec précaution
- Ajouter lentement de l'eau chaude à 80°C (environ 2,5 fois le volume d'éthanol, jusqu'à ce que le mélange se trouble), puis attendre la dissolution totale et verser le tout dans un bécher. Laisser refroidir à l'air puis plonger dans de la glace.
- Filtrer. Essorer avec un tapon. Sécher dans l'étuve à 80°C.

Peser le produit sec et déterminer le point de fusion au banc Koffler (figure 3).



Figure 3 : le produit fini et le contrôle de qualité au banc Koffler

Compte rendu

- 1) Ecrire le mécanisme réactionnel correspondant à la synthèse de l'acide acétylsalicylique.
- 2) Pourquoi utilise-t-on l'anhydride acétique et non l'acide acétique pur pour effectuer cette synthèse
- 3) Pourquoi ajoute-t-on de l'eau glacée
- 4) Pourquoi ajoute-t-on de l'acide sulfurique
- 5) Déterminer le point de fusion du produit brut et pur obtenu et le comparer au point de fusion théorique
- 6) Quelle quantité (en masse) d'acide acétylsalicylique pourriez-vous espérer obtenir si le rendement de la réaction était de 100 %
- 7) Calculer le rendement de la réaction



TPN° 2

SYNTHÈSE DE L'ACIDE BENZOÏQUE

(REACTION D'OXYDO-REDUCTION)

But du TP

- Préparation de l'acide benzoïque basant sur les techniques d'oxyde-réduction
- Purification et identification du produit fini

Introduction

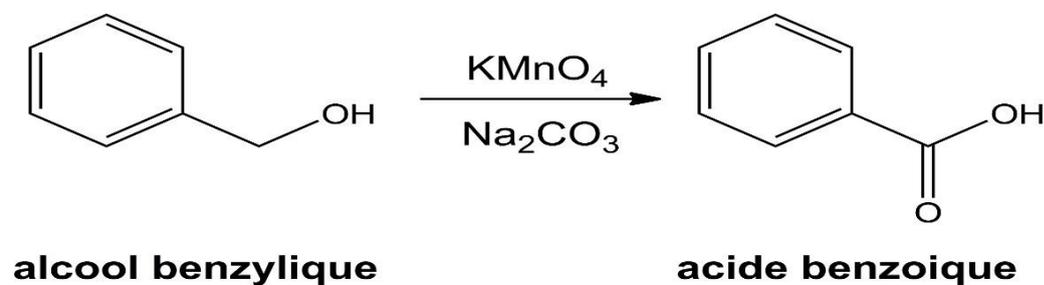
L'acide benzoïque est un acide carboxylique aromatique extrait du benzène. Ayant comme formule chimique $C_7H_6O_2$, il se présente sous la forme de cristaux blancs soyeux [9].

L'acide benzoïque est à la fois un composant commun de certains fruits frais, comme les baies, il est souvent utilisé en tant que conservateur vue ses propriétés antimicrobien et antifongiques ; c'est pourquoi il est présent dans les aliments transformés [10], y compris les produits de boulangerie, les vinaigrettes, la margarine..., On le trouve également dans les produits cosmétiques, tels que les bains de bouche, Les crèmes.



Principe

La synthèse au laboratoire de l'acide benzoïque est réalisée par la réaction d'oxydation [11]. de l'alcool benzylique ou du benzaldéhyde par le permanganate de potassium selon schéma réactionnel ci-dessous ;



Mode opératoire

❖ *Synthèse*

Introduire dans un ballon de 250ml :

- 2,5 ml d'alcool benzylique ;
- 4,5 g de permanganate de potassium ;
- 2g de carbonate de sodium ;
- 100 ml d'eau distillée ;

Quelques grains de pierre ponce et bien agiter pour homogénéiser le mélange. Mettez-le tous au chauffage utilisant un montage à reflux pour éviter la perte de masse pendant 30 minutes.

A la fin du chauffage, retirer le chauffe-ballon et laisser refroidir quelques minutes à l'air en laissant le reflux. Filtrer sur Büchner le mélange obtenu. On récupère le filtrat incolore dans un erlenmeyer

❖ *Séparation et purification*

La séparation du produit synthétisé est effectuée par précipitation de ce dernier dont on a :

- Placer l'erlenmeyer contenant la phase aqueuse dans un récipient rempli d'eau et de glaçons.
- Ajouter doucement et avec précaution, quelques mL, de l'acide chlorhydrique à 2 mol/L, il se forme un solide blanc, l'acide benzoïque qui cristallise.
- Ajouter l'acide chlorhydrique jusqu'à ce qu'il ne se forme plus de nouveaux d'acide benzoïque.
- Filtrer sous vide sur Büchner puis laver les cristaux avec un minimum d'eau glacée. Essorer.

L'étape de la purification est effectuée par recristallisation du produit obtenu :

- Dissoudre l'acide benzoïque obtenu avec un peu d'eau chaude.
- Recristalliser l'acide, en refroidissant le mélange
- Filtrer sous vide sur Büchner puis laver les cristaux avec un minimum d'eau glacée. Essorer.





Figure 5 : la préparation de l'acide benzoïque par le montage à reflux

❖ **Identification de l'acide benzoïque**

Déterminer son point de fusion sur banc Köfler (si l'acide benzoïque est sec et pur on doit retrouver la valeur théorique.

Compte rendu

- 1) Indiquer les observations lors de l'expérience
- 2) détailler le mécanisme réactionnel de cette synthèse
- 3) Quel est le rôle du carbonate de sodium
- 4) Quel est le but de la recristallisation
- 5) Déterminer la masse **m** de produit fini et calculer le rendement de la réaction.
- 6) proposer une autre méthode pour l'identification du produit obtenu.



TPN° 3

SYNTHÈSE DU SAVON SOLIDE

(Réaction de saponification)

But du TP

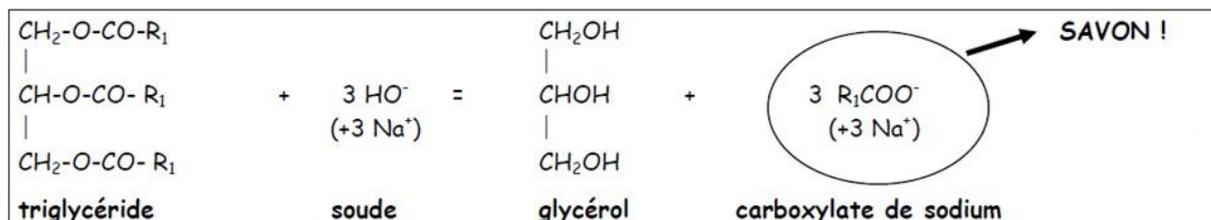
- Préparation d'un savon au laboratoire
- Les caractères du savon



Introduction

- **Le savon**

Le savon est le **produit d'une réaction chimique (saponification) entre une base forte** (soude ou potasse) **et une matière grasse** (huile végétale, beurre végétal, matière grasse animale...) **constitué de triglycéride ou triesters** [12].



- **Les matières grasses**

Les matières grasses sont essentiellement constituées de triglycérides qui sont des triesters du propan-1,2,3-triol (glycérol) et L'acide (acide carboxylique à chaîne aliphatique de 4 à 36 atomes de carbone), font partie de l'alimentation des humains depuis toujours. Elles sont d'ailleurs indispensables à la santé : elles fournissent de l'énergie, contribuent à la régulation de la température corporelle, de même qu'à la synthèse des hormones et à la fertilité, fournissent des acides gras essentiels, permettent l'absorption des vitamines A, D, E et K, procurent un sentiment de satiété, rehaussent la saveur et la texture des aliments, donnent de l'éclat au teint et à la chevelure, etc.

- **Mode d'action des savons**

Les propriétés détergentes des savons sont dues aux ions carboxylate RCOO^- . Les ions carboxylate RCOO^- possèdent (Figure 1) :

- ✚ une tête hydrophile polaire ($-\text{COO}^-$) chargée négativement, qui s'entoure de molécules d'eau polaires.
- ✚ Une queue (extrémité) lipophile (R) : elle a beaucoup d'affinité pour les chaînes carbonées présentes dans les lipides et les graisses, mais hydrophobe : qui n'interagit pas avec les molécules d'eau, car elle n'est pas polaire.

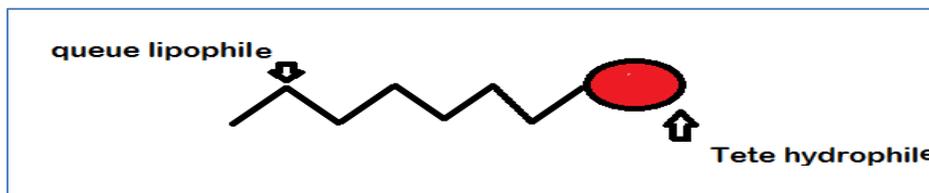


Figure 6 : molécule du savon

Dans une eau savonneuse à faible concentration, les ions carboxylate s'organisent en petites sphères d'environ 100 nm de diamètre, appelées micelles (Fig2).

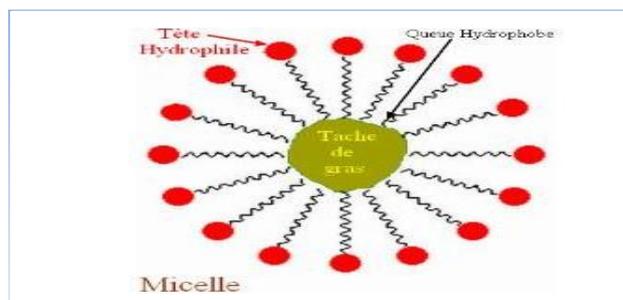
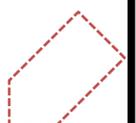


Figure 7 : formation de la micelle

La formation de micelles rend possible la dissolution dans l'eau, d'une tache d'huile présente sur un tissu. Cette tache se laisse entourer par la partie lipophile du savon alors que la partie hydrophile entraîne la tache vers l'eau [13].



Mode opératoire

❖ Synthèse

- Adapter un montage à reflux
- Introduire dans un ballon de 250 mL
 - 20 mL de solution de NaOH (8 mol/L).
 - 12 mL de l'huile choisie, 12 mL d'éthanol et enfin quelques grains de pierre ponce (ajouter éventuellement 1 ou 2 mL de colorant alimentaire). Bien agiter pour essayer d'homogénéiser le mélange.

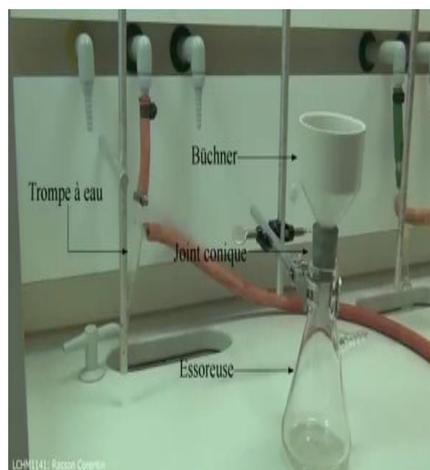
Adapter un réfrigérant à eau et chauffer (environ 100°C) à reflux durant environ 30 minutes.

A la fin du chauffage, retirer le chauffe-ballon et laisser refroidir quelques minutes à l'air en laissant le reflux.

❖ Séparation et purification

La purification du produit obtenue est basée sur les méthodes de **relargage** et le lavage

- Verser le mélange réactionnel dans un bécher de 250 mL contenant environ 100 mL d'une solution froide de chlorure de sodium (NaCl) concentrée (200 g/L) : on obtient un précipité qui est du savon de formule chimique $C_{17}H_{31}COONa$ (oléate de sodium)
Agiter et laisser reposer.
- ✚ Filtrer sur Büchner en commençant à verser le plus possible de liquide clair. Mesurer le pH du filtrat.
- ✚ La filtration terminée, reverser le savon dans 100 mL d'eau salée très froide pour rincer le solide : cette opération s'appelle le lavage.
- ✚ Recueillir le savon à la spatule et le sécher sur papier filtre. Mesurer à nouveau le pH du filtrat. Il doit être compris entre 9 et 10.
- ✚ Laisser sécher le savon (lui donner forme éventuellement en le mettant dans un moule).



Compte rendu

- 1) Quel est le rôle du chauffage à reflux
- 2) Pourquoi ajoute-t-on de l'éthanol
- 3) A quoi sert la pierre ponce
- 4) Quel est le but du relargage
- 5) Si on considère que l'huile alimentaire n'est constituée que d'oléine
Qu'est le triester issu de l'estérification du glycérol et de l'acide oléique
(C₁₇H₃₃COOH). Ecrire la formule de l'oléine.
- 6) Indiquer les observations lors de l'expérience
- 7) Déterminer la masse **m** de savon sec que l'on peut espérer recueillir. Calculer le rendement de la réaction.



TPN° 4

SYNTHESE ET PURIFICATION PAR DISTILLATION DU 2-chloro-2-méthylpropane

(Réaction de substitution)

But du TP

- Réaliser la réaction de substitution au laboratoire ;
- Réaliser un montage de distillation fractionner ;
- Lire un spectre IR pour identifier le produit final.

Introduction

L'halogénéation de l'alcool est la substitution de la fonction alcool par un dérivé halogène cette réaction est effectuée en deux étapes essentielles pour décrire la réaction suivante [14,15] :



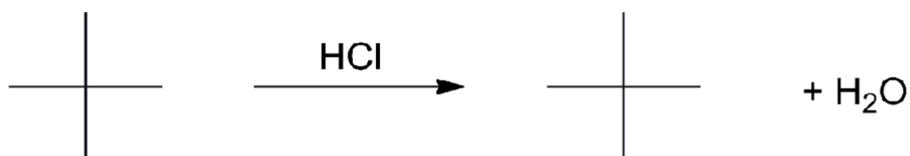
Où ;

GP : le groupe partant (aussi appelé nucléofuge),

Nu : le nucléophile, et R un radical alkyle ou aryle.

Principe

La réaction se fait en deux étapes :



2-méthylpropan-2-ol

2-chloro-2-méthylpropane

Mode opératoire

❖ *Synthèse*

Dans un bécher de 250 mL, introduire :

- 28 mL de 2 méthylpropan2-ol préalablement tiédi ($\theta \approx 25^\circ\text{C}$)
 - Ajouter avec précaution 75mL d'acide chlorhydrique ;
- Laisser le mélange réactionnel sous agitation pendant 20 minutes.

❖ *Séparation*

La séparation du produit nécessite de :

- Transverse le mélange réactionnel dans une ampoule à décanté et laisser le reposer quelque minute jusqu'à l'obtention de deux phase ;
- Eliminer la phase aqueuse ;
- Laver rapidement la phase organique avec environ 20 mL de solution d'hydrogénocarbonate de sodium à 50g/L, puis avec environ 20ml d'eau jusqu'à neutralité
- Recueillir la phase organique dans un erlenmeyer sec et y ajouter environ 5 g de Chlorure de calcium anhydre. Pour capter les traces d'eau présente dans la solution
- Décanter et recueillir le liquide dans une éprouvette graduée sèche

❖ *Purification*

- Réaliser un montage de distillation avec une colonne fractionnée
- Verser le contenu de l'éprouvette dans le ballon à distiller. Recueillir le distillat jusqu'à ce que la température atteigne 52°C .



Figure 10 : La purification du produit fini par distillation fractionnée

Compte rendu

- 1) Ecrire le mécanisme réactionnel de cette synthèse
- 2) Pourquoi-t-on n'a pas utiliser le chauffage à reflux ?
- 3) Pourquoi ajoute-t-on de d'hydrogénocarbonate de sodium ?
- 4) Quel est le but de distillation fractionner
- 5) Indiquer les observations lors de l'expérience
- 6) Déterminer la masse (**m théorique**) du produit brut que l'on peut espérer recueillir.
- 7) Calculer le rendement de la réaction.



TP N°5 HYDRO DISTILLATION DES HUILES ESSENTIELLE DU ROMARIN

(Distillation par entrainement à la vapeur)

But du TP

Réaliser un montage de distillation par entrainement à la vapeur

Extraction du HE des parties aériennes du romarin au laboratoire

Introduction

Rosmarinus officinalis (romarin) appartient à la famille des Lamiacées au genre *Rosmarinus* [16]. C'est un arbuste toujours vert de 0,5 à 2 m. La tige ligneuse et se divise en de nombreux rameaux opposés. Les feuilles sont sessiles, opposées avec une couleur bleu violacées, visibles de janvier à mai [17 et 18]

Le *Rosmarin* est souvent cultivé pour son huile essentielle riche en antioxydants naturels qui sert en plusieurs utilisations dans les industries agroalimentaires, cosmétiques (parfums, savons, crèmes, shampoings) et en pharmaceutiques.



Principe

L'HE de romarin est une essence distillée obtenue grâce à la vapeur d'eau tirée par chaud, cette opération est un procédé d'extraction parmi les plus anciens [19], s'accomplit dans un alambic.

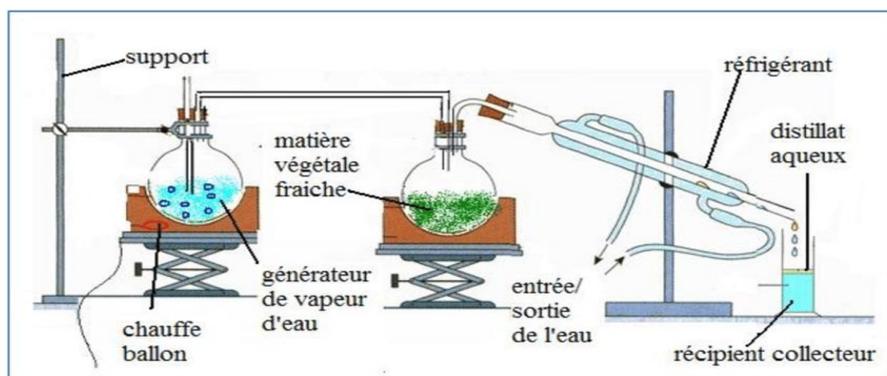


Figure 11 : Montage entrainement à la vapeur



Un flux de vapeur d'eau est injecté au contact d'une substance organique ;

Le but est d'emporter avec la vapeur d'eau les constituants volatils de la plante aromatique. La vapeur détruit la structure des cellules végétales, libère les molécules contenues et entraîne les plus volatiles en les séparant du substrat cellulosique. La vapeur, chargée de l'essence de la matière première distillée, se condense dans le serpentín de l'alambic avant d'être récupérée dans un essencier (vase de décantation).

Les parties insolubles dans l'eau de condensation sont décantées pour donner l'huile essentielle. La partie contenant les composés hydrosolubles est appelée "hydrolat".

Mode opératoire

❖ Distillation

Préparer un montage d'hydro-distillation selon le schéma ci-dessus

- Mettre 100g de la matière végétale fraîche et quelque pierre ponce dans un ballon de 250 ml ;
- Ajouter 800ml d'eau distillée dans le ballon ;

Faire chauffer le tout jusqu'à obtenir environ 400 ml de distillat

❖ Séparation et purification

- Une fois le distillat récupéré enlever le ballon et procéder à la décantation : Mélanger 150 ml d'eau salée avec le distillat ;
- Verser le mélange (distillat / eau) dans une ampoule à décanter autant de fois que nécessaire selon la quantité de distillat ;
- Agiter l'ampoule pour séparer l'huile essentielle de la phase aqueuse ;
- Recueillir la phase aqueuse dans un bécher et récupérer l'HE dans un flacon sombre et bien fermer.





Figure 12 : Decantation et separation des deux phases

Compte rendu

- 1) Quel sont les produits majeurs contenus dans cette huile.
- 2) Calculer le rendement d'huile obtenu
- 3) Proposer une méthode d'analyse du produit obtenu



TP N° 6

EXTRACTION DU CELLULOSE

But du TP

Extraction de la cellulose à partir du coton au laboratoire.

Préparation du l'acétate de cellulose

Introduction

La **cellulose** est un glucide constitué d'une chaîne linéaire de molécules de D-glucose (entre 15 et 15 000) [19] .



Les macromolécules de cellulose sont les principaux constituant de la paroi des cellules végétales, y compris du bois, du coton

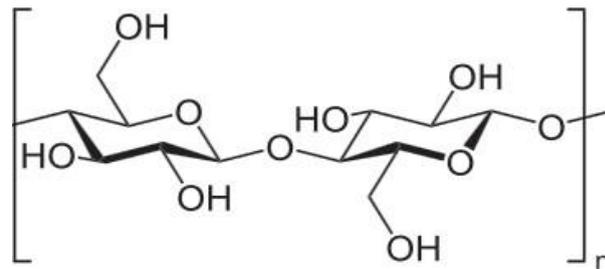


Figure 13 : Molécule de cellulose

L'acétate de cellulose est l'acylation de la cellulose par l'anhydride acétique cette molécule est utilisée dans la fabrication du rayonne dans l'industrie de textile dans la fabrication des pellicules des films et le cellophane.....

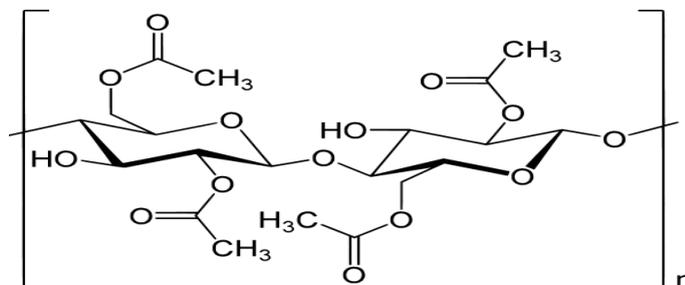


Figure 14 : Acétate de cellulose



Mode opératoire

Tremper 0.5g de coton dans de l'eau pendant plusieurs minutes. Éliminer l'excès d'eau en le pressant entre deux morceaux de papier filtre et dénouer les fibres ; ajouter ces derniers à :

- Une solution d'anhydride acétique 10 ml ;
- 15ml d'acide acétique glacial, et 5gouttes d'acide sulfurique concentré dans un erlenmeyerde100 ml pousser le coton au fond de l'erlenmeyer avec une baguette en verre.

Laisser la solution à température ambiante pendant 15 min puis chauffer à 70°C pendant 30 min en agitant de temps en temps verser la solution dans 200 ml d'eau froide en agitant.

L'acétate de cellulose précipite sous forme de masse gélatineuse qui prend forme de plus en plus filtrer sur Büchner et rincer de l'eau et laisser sécher.

Compte rendu

- 1)Ecrire la réaction bilan.
- 2)Quel est le type de jonction glycosidique entre les unités de glucose de la cellulose.
- 3)Le rôle de l'acide sulfurique.
- 4)Calculer le rendement de la réaction.



TP N° 7

PREPARATION DU GEL HYDRO-ALCOOLIQUE

But du TP

Le but majeur de ce TP est de

- Préparer une solution hydro-alcoolique au laboratoire
- La formulation gel de cette solution

Introduction

En pleine épidémie de coronavirus, les solutions et gels hydroalcooliques sont conseillés pour éliminer le virus des mains [21] et réduire sa transmission.

Les solutions hydro-alcooliques sont des solutions aseptisantes cutanées [22]. Elles agissent par contact direct et mécanique afin d'assurer l'hygiène des mains et s'utilisent sans eau.



Préparation de la solution hydro-alcoolique

Cette préparation est recommandée par l'OMS en 2020 pour 200ml de solution ;

Dans un erlenmeyer de 250 ml en introduit :

- 166 ml d'éthanol 70°
- 8.4 ml d'eau oxygénée
- 3 ml glycérine (glycérol)
- Eau distillée

Remuez et laisser la solution à l'air ambiant pendant 72 heures, pour être prête à l'utilisation.



Préparation de la forme gel de la solution hydro-alcoolique

Cette forme est assurée par l'ajout d'un 'agent gélifiant' pour donner au solution une texture particulière grâce à la formation d'un gel et préserver la dispersion uniforme des ingrédients.

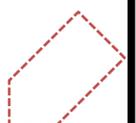
- Ajouter 25% de carbopol (polymer gélifiant) au solution préparer ;

Pour 200 ml de la solution précédente on ajoute 50 ml de carbopole

- Mélanger la préparation en agitant délicatement le récipient à l'aide d'une spatule
- Répartir immédiatement la préparation dans les flacons de distribution.

QUESTION

Pourquoi on a été utilisé l'éthanol 70° et ne pas l'éthanol pur.



Solutions TP

TP N°1

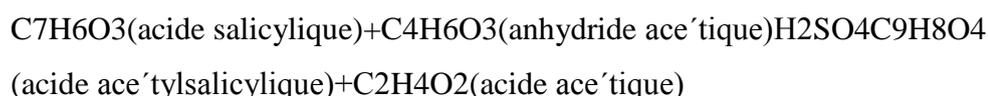
1. Mécanisme réactionnel correspondant à la synthèse de l'acide acétylsalicylique.

La synthèse de l'acide acétylsalicylique se fait par estérification de l'acide salicylique avec l'anhydride acétique, catalysée par un acide fort (généralement l'acide sulfurique ou phosphorique). C'est une réaction d'acétylation.

Le mécanisme réactionnel est le suivant :

- **Étape 1 : Protonation de l'anhydride acétique** L'oxygène du groupe carbonyle de l'anhydride acétique est protoné par l'acide sulfurique (ou un autre acide fort). Cela rend le carbone du carbonyle plus électrophile et donc plus réactif. $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow (\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}^+\text{H} + \text{HSO}_4^-$
- **Étape 2 : Attaque nucléophile de l'acide salicylique** Le groupe hydroxyle phénolique de l'acide salicylique (qui est un nucléophile) attaque le carbone électrophile de l'anhydride acétique protoné. Cela forme un intermédiaire tétraédrique. $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}^+\text{H} + \text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOH} \rightarrow \text{CH}_3\text{COO}-\text{C}(\text{OH})(\text{CH}_3)\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4\text{COOH}^+\text{H}$ (Cet intermédiaire est une représentation simplifiée, il y a plusieurs formes de résonance et de réarrangement de protons)
- **Étape 3 : Élimination de l'acide acétique** L'intermédiaire tétraédrique subit une élimination, conduisant à la formation de l'acide acétylsalicylique et d'une molécule d'acide acétique. Le proton de l'intermédiaire est transféré. $\text{CH}_3\text{COO}-\text{C}(\text{OH})(\text{CH}_3)\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4\text{COOH}^+\text{H} \rightarrow \text{HCH}_3\text{COOC}_6\text{H}_4\text{COOH} + \text{CH}_3\text{COOH} + \text{H}^+$
- **Étape 4 : Régénération du catalyseur** Le proton est libéré, régénérant le catalyseur acide.

En résumé, l'équation globale de la réaction est :



2. Pourquoi utilise-t-on l'anhydride acétique et non l'acide acétique pur pour effectuer cette synthèse ?

On utilise l'anhydride acétique plutôt que l'acide acétique pur pour plusieurs raisons :

- **Meilleur agent d'acétylation** : L'anhydride acétique est un agent d'acétylation beaucoup plus réactif que l'acide acétique. Le groupe acétyle (CH₃CO–) dans l'anhydride acétique est plus électrophile en raison de la présence du deuxième groupe carbonyle, ce qui facilite l'attaque nucléophile par le groupe hydroxyle de l'acide salicylique.
- **Réaction plus rapide et complète** : L'utilisation de l'anhydride acétique permet une réaction plus rapide et avec un meilleur rendement.
- **Éviter l'équilibre** : La réaction d'estérification directe entre un alcool et un acide carboxylique (par exemple, acide salicylique + acide acétique) est une réaction à l'équilibre. Cela signifie que la réaction ne se déroule pas complètement vers les produits et qu'une quantité significative de réactifs non consommés peut rester. L'utilisation d'un anhydride évite cet équilibre, car l'acide acétique est libéré comme sous-produit, ce qui ne réagit pas significativement avec l'acide acétylsalicylique dans ces conditions pour reformer les réactifs.
- **Facilité de purification** : Le sous-produit (acide acétique) est un liquide volatil et miscible à l'eau, facile à séparer de l'acide acétylsalicylique solide par cristallisation et lavage.

3. Pourquoi ajoute-t-on de l'eau glacée ?

On ajoute de l'eau glacée pour plusieurs raisons :

- **Précipitation de l'aspirine** : L'aspirine (acide acétylsalicylique) est peu soluble dans l'eau froide. L'ajout d'eau glacée permet de précipiter l'aspirine formée, facilitant ainsi sa séparation par filtration.
- **Hydrolyse de l'anhydride acétique en excès** : L'eau réagit avec l'excès d'anhydride acétique restant, l'hydrolysant en acide acétique. Cela élimine l'anhydride acétique qui pourrait réagir avec l'aspirine (hydrolyse de l'aspirine) lors du chauffage ou de la manipulation, et facilite la purification.
$$2 \text{CH}_3\text{CO}_2\text{O} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2 \text{CH}_3\text{COOH}$$
- **Refroidissement de la solution** : L'addition d'eau glacée aide à refroidir rapidement le mélange réactionnel, ce qui peut être important si la réaction est exothermique ou pour minimiser la dégradation des produits sensibles à la chaleur.

4. Pourquoi ajoute-t-on de l'acide sulfurique ?

L'acide sulfurique est ajouté comme **catalyseur acide**. Son rôle est de :

- **Activer l'anhydride acétique** : Comme expliqué dans le mécanisme, l'acide sulfurique protone l'anhydride acétique, rendant le carbone du carbonyle plus électrophile et donc plus susceptible à l'attaque nucléophile par le groupe hydroxyle de l'acide salicylique.

- **Accélérer la réaction** : Les réactions d'estérification sont souvent lentes en l'absence de catalyseur. L'acide sulfurique abaisse l'énergie d'activation de la réaction, ce qui permet à la synthèse de se dérouler à une vitesse raisonnable.
 - **Favoriser la formation du produit** : En agissant comme catalyseur, l'acide sulfurique assure une meilleure conversion des réactifs en produits.
5. **Déterminer le point de fusion du produit brut et pur obtenu et le comparer au point de fusion théorique.**

Ceci est une question pratique qui nécessite des données expérimentales. Je ne peux pas "déterminer" des points de fusion sans les valeurs mesurées dans votre expérience. Cependant, je peux vous donner le point de fusion théorique et vous expliquer comment procéder :

- **Point de fusion théorique de l'acide acétylsalicylique pur** : Environ 135-136 °C.
 - **Pour déterminer les points de fusion dans la pratique** :
 - Vous utiliserez un appareil de mesure de point de fusion (par exemple, un banc Kofler ou un capillaire et un bain d'huile chauffant).
 - **Produit brut** : Prélevez un petit échantillon de l'aspirine non recristallisée. Mesurez son point de fusion. Il sera probablement plus bas et sur une plage plus large que le point de fusion théorique, en raison des impuretés.
 - **Produit pur (recristallisé)** : Recristallisez une partie de votre produit brut (par exemple, dans un mélange éthanol/eau chaude). Séchez bien le produit recristallisé. Mesurez son point de fusion. S'il est pur, son point de fusion devrait être proche du point de fusion théorique (135-136 °C) et la plage de fusion devrait être étroite (moins de 1-2 °C).
 - **Comparaison** :
 - Un point de fusion **inférieur** au point théorique et/ou une **large plage de fusion** pour le produit brut indique la présence d'impuretés.
 - Un point de fusion **proche du point théorique** et une **plage de fusion étroite** pour le produit recristallisé indiquent une bonne pureté.
6. **Quelle quantité (en masse) d'acide acétylsalicylique pourriez-vous espérer obtenir si le rendement de la réaction était de 100 % ?**

Pour répondre à cette question, il faut connaître les quantités initiales des réactifs (masse ou moles d'acide salicylique et d'anhydride acétique) utilisées dans votre expérience. Nous devons identifier le réactif limitant.

Données nécessaires :

- Masse molaire de l'acide salicylique ($C_7H_6O_3$) : $M_{\text{acide salicylique}} = 7 \times 12.01 + 6 \times 1.01 + 3 \times 16.00 = 138.12 \text{ g/mol}$
- Masse molaire de l'anhydride acétique ($C_4H_6O_3$) : $M_{\text{anhydride acétique}} = 4 \times 12.01 + 6 \times 1.01 + 3 \times 16.00 = 102.09 \text{ g/mol}$
- Masse molaire de l'acide acétylsalicylique ($C_9H_8O_4$) : $M_{\text{acide acétylsalicylique}} = 9 \times 12.01 + 8 \times 1.01 + 4 \times 16.00 = 180.17 \text{ g/mol}$

Procédure :

1. **Calculer les moles de chaque réactif** : $n_{\text{acide salicylique}} = \frac{m_{\text{acide salicylique}}}{M_{\text{acide salicylique}}}$
(g/mol)masse acide salicylique (g) $n_{\text{anhydride acétique}} = \frac{m_{\text{anhydride acétique}}}{M_{\text{anhydride acétique}}}$
(g/mol)masse anhydride acétique (g) (Si vous avez un volume, utilisez la densité pour convertir en masse : masse = volume \times densité)
2. **Identifier le réactif limitant** : Selon l'équation stœchiométrique (1 mole acide salicylique + 1 mole anhydride acétique \rightarrow 1 mole acide acétylsalicylique), le réactif limitant est celui qui est en plus faible quantité molaire.
3. **Calculer la quantité théorique d'acide acétylsalicylique** : Si le rendement est de 100 %, la quantité en moles d'acide acétylsalicylique formée sera égale à la quantité en moles du réactif limitant. $n_{\text{acide acétylsalicylique}}(\text{théorique}) = n_{\text{réactif limitant}}$
4. **Convertir les moles en masse** : $m_{\text{acide acétylsalicylique}}(\text{théorique}) = n_{\text{acide acétylsalicylique}}(\text{théorique}) \times M_{\text{acide acétylsalicylique}}$

Exemple hypothétique : Si vous utilisez 2 g d'acide salicylique et 5 mL d'anhydride acétique (densité $\sim 1.08 \text{ g/mL}$).

- $n_{\text{acide salicylique}} = \frac{2 \text{ g}}{138.12 \text{ g/mol}} = 0.01448 \text{ mol}$
- $m_{\text{anhydride acétique}} = 5 \text{ mL} \times 1.08 \text{ g/mL} = 5.4 \text{ g}$
- $n_{\text{anhydride acétique}} = \frac{5.4 \text{ g}}{102.09 \text{ g/mol}} = 0.05289 \text{ mol}$

Ici, l'acide salicylique est le réactif limitant ($0.01448 \text{ mol} < 0.05289 \text{ mol}$). Donc, $n_{\text{acide acétylsalicylique}}(\text{théorique}) = 0.01448 \text{ mol}$ $m_{\text{acide acétylsalicylique}}(\text{théorique}) = 0.01448 \text{ mol} \times 180.17 \text{ g/mol} = 2.609 \text{ g}$

7. Calculer le rendement de la réaction.

Pour calculer le rendement, vous avez besoin de la masse d'acide acétylsalicylique que vous avez réellement obtenue après purification et séchage (masse expérimentale ou réelle) et de la masse théorique calculée à la question 6.

Rendement (%) = $\frac{\text{masse acide acétylsalicylique (théorique)}}{\text{masse acide acétylsalicylique (expérimentale)}} \times 100$

Exemple : Si, avec les chiffres de l'exemple précédent, vous avez obtenu 2.0 g d'aspirine pure après recristallisation.

Rendement (%) = $\frac{2.0 \text{ g}}{2.609 \text{ g}} \times 100 = 76.66 \%$

N'hésitez pas si vous avez des données spécifiques pour les questions 5, 6 et 7

Super ! Maintenant que je connais la méthode (oxydation de l'alcool benzylique par le permanganate de potassium), je peux répondre à tes questions de manière précise.

TP N°2

1) Observations lors de l'expérience

Lors de cette synthèse, voici les observations typiques que tu as pu ou pourrais faire :

- **Avant chauffage** : Le mélange initial est violet foncé ou noir en raison de la présence du **permanganate de potassium** (KMnO₄). L'alcool benzylique est un liquide incolore.
- **Pendant le chauffage (réaction)** :
 - La couleur violette du mélange va progressivement **disparaître**, et une **précipitation brune noire** se formera. Cette précipitation est l'oxyde de manganèse (IV), MnO₂, un sous-produit de l'oxydation.
 - Il peut y avoir un léger dégagement gazeux si le chauffage est trop intense, mais cela est généralement minimisé avec un montage à reflux.
- **Après refroidissement et filtration** :
 - Le **filtrat** que tu récupères doit être **incolore** (ou très légèrement teinté si la réaction n'est pas complète ou si la filtration n'est pas parfaite). La disparition de la couleur violette indique que tout le permanganate a réagi.
 - Le **solide brun noir** retenu sur le filtre est le dioxyde de manganèse (MnO₂).

2) Détail du mécanisme réactionnel de cette synthèse

La synthèse de l'acide benzoïque à partir de l'alcool benzylique par le permanganate de potassium est une **réaction d'oxydation**. Le permanganate de potassium est un agent oxydant très puissant.

Voici le mécanisme simplifié, en plusieurs étapes :

1. **Oxydation de l'alcool benzylique en benzaldéhyde** : L'alcool benzylique (un alcool primaire) est d'abord oxydé en aldéhyde (le benzaldéhyde). Le permanganate de potassium passe d'un état d'oxydation élevé (+7) à un état d'oxydation intermédiaire (+4, sous forme de MnO₂).



2. **Oxydation du benzaldéhyde en acide benzoïque** : Le benzaldéhyde est ensuite rapidement oxydé en acide carboxylique, l'acide benzoïque. Les aldéhydes sont plus facilement oxydables que les alcools.

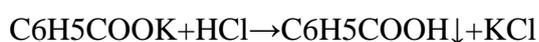


La réaction globale peut être résumée par :



L'acide benzoïque est initialement formé sous sa **forme salifiée, le benzoate de potassium** ($\text{C}_6\text{H}_5\text{COOK}$), car la réaction est menée en milieu basique (grâce au carbonate de sodium et à la formation de KOH). Ce benzoate de potassium est soluble dans l'eau.

3. **Acidification pour former l'acide benzoïque insoluble** : Après la filtration du MnO_2 , le benzoate de potassium présent dans le filtrat est ensuite **acidifié** (généralement avec un acide fort comme HCl concentré) pour libérer l'acide benzoïque, qui est peu soluble dans l'eau froide et précipite.



3) Rôle du carbonate de sodium

Le **carbonate de sodium** (Na_2CO_3) joue un rôle crucial dans cette synthèse :

- **Maintien d'un milieu basique** : La réaction d'oxydation par le permanganate de potassium est **optimale en milieu basique**. Le carbonate de sodium est une base faible qui aide à maintenir le pH du milieu réactionnel à un niveau élevé.
- **Tamponnage** : Il agit comme un **tampon** qui neutralise tout acide qui pourrait se former pendant la réaction, assurant ainsi un pH stable et favorisant l'efficacité de l'oxydation. Sans cette basicité, le permanganate pourrait se décomposer différemment ou l'oxydation serait moins efficace.
- **Solubilisation initiale des réactifs** : Il peut aussi aider à la solubilisation de certains réactifs ou intermédiaires en début de réaction.

4) But de la recristallisation

La **recristallisation** est une technique de purification essentielle en chimie organique. Son but principal est de :

- **Purifier le produit brut** : L'acide benzoïque que tu obtiendras après précipitation et filtration sera probablement impur. Il pourra contenir des traces de réactifs non consommés (bien que peu probables), de sous-produits de réaction (par exemple, des traces d'alcool benzylique non oxydé ou de benzaldéhyde), ou des impuretés issues du MnO_2 ou des sels inorganiques.

- **Éliminer les impuretés :** La recristallisation repose sur la différence de solubilité entre le produit pur et les impuretés dans un solvant donné à différentes températures. Le produit pur est dissous dans un minimum de solvant chaud, puis la solution est refroidie. Le produit pur cristallise tandis que les impuretés (soit restent dissoutes, soit ne cristallisent pas dans les mêmes conditions) restent dans le solvant mère.
- **Améliorer la pureté et l'aspect :** Le produit recristallisé aura une pureté plus élevée et souvent une apparence cristalline plus nette et plus blanche.

5) Déterminer la masse m de produit fini et calculer le rendement de la réaction

Pour cela, j'ai besoin de quelques données supplémentaires de ta part, car le rendement est une valeur calculée à partir de tes résultats expérimentaux et des données théoriques.

Pour calculer le rendement, tu devras :

- 1. Identifier le réactif limitant :**
 - Calcule les moles d'alcool benzylique ($n_{\text{alcool benzylique}} = \frac{m_{\text{alcool benzylique}}}{M_{\text{alcool benzylique}}}$). Convertis d'abord le volume en masse en utilisant la densité de l'alcool benzylique ($\rho \approx 1,04 \text{ g/mL}$).
 - Calcule les moles de permanganate de potassium ($n_{\text{KMnO}_4} = \frac{m_{\text{KMnO}_4}}{M_{\text{KMnO}_4}}$).
 - Compare les moles en utilisant les coefficients stœchiométriques de la réaction globale (voir plus haut, 1 mole d'alcool benzylique réagit avec 2 moles de KMnO_4). Le réactif qui est en quantité insuffisante est le réactif limitant.
- 2. Calculer la masse théorique d'acide benzoïque :**
 - À partir des moles du réactif limitant et de la stœchiométrie de la réaction, détermine le nombre de moles d'acide benzoïque que tu devrais obtenir théoriquement.
 - Convertis ces moles en masse théorique d'acide benzoïque ($m_{\text{théorique}} = n_{\text{théorique}} \times M_{\text{acide benzoïque}}$).
- 3. Mesurer la masse expérimentale d'acide benzoïque :**
 - **Tu devras peser la masse d'acide benzoïque purifié et séché** que tu as obtenu après la recristallisation. C'est ta masse m de produit fini.
- 4. Calculer le rendement (η) :**
 - Le rendement est le rapport de la masse expérimentale à la masse théorique, exprimé en pourcentage.

$$\eta = \frac{m_{\text{théorique}}}{m_{\text{expérimentale}}} \times 100\%$$

Données nécessaires que tu devras utiliser :

- Densité de l'alcool benzylique : $\rho \approx 1,04 \text{ g/mL}$
- Masse molaire de l'alcool benzylique ($\text{C}_7\text{H}_8\text{O}$) : $M = 108,14 \text{ g/mol}$
- Masse molaire du permanganate de potassium (KMnO_4) : $M = 158,03 \text{ g/mol}$
- Masse molaire de l'acide benzoïque ($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$) : $M = 122,12 \text{ g/mol}$

Exemple de calcul (tu devras le faire avec tes propres chiffres) :

1. **Masse d'alcool benzylique** : $2,5 \text{ mL} \times 1,04 \text{ g/mL} = 2,6 \text{ g}$
2. **Moles d'alcool benzylique** : $2,6 \text{ g} / 108,14 \text{ g/mol} \approx 0,0240 \text{ mol}$
3. **Moles de KMnO_4** : $4,5 \text{ g} / 158,03 \text{ g/mol} \approx 0,0285 \text{ mol}$

Selon la stœchiométrie (1 mole d'alcool benzylique pour 2 moles de KMnO_4) :

- Il faudrait $0,0240 \text{ mol} \times 2 = 0,0480 \text{ mol}$ de KMnO_4 pour réagir complètement avec l'alcool benzylique.
- Tu n'as que $0,0285 \text{ mol}$ de KMnO_4 .

Donc, le **permanganate de potassium est le réactif limitant** dans cet exemple.

4. **Moles théoriques d'acide benzoïque** : Puisque le KMnO_4 est limitant, $0,0285 \text{ mol}$ de KMnO_4 produiront la moitié de moles d'acide benzoïque (selon la stœchiométrie $2\text{KMnO}_4 \rightarrow 1\text{Acide Benzoïque}$). $n_{\text{théorique}} = 0,0285 \text{ mol} / 2 = 0,01425 \text{ mol}$
5. **Masse théorique d'acide benzoïque** : $0,01425 \text{ mol} \times 122,12 \text{ g/mol} \approx 1,740 \text{ g}$
6. **Rendement** : Si, par exemple, tu as obtenu $1,2 \text{ g}$ d'acide benzoïque purifié, ton rendement serait : $\eta = (1,2 \text{ g} / 1,740 \text{ g}) \times 100\% \approx 69\%$

6) Proposer une autre méthode pour l'identification du produit obtenu

Après la recristallisation, pour confirmer que ton produit est bien de l'acide benzoïque, tu peux utiliser plusieurs méthodes d'identification, en plus de la détermination du point de fusion (qui est la plus courante en laboratoire).

Voici une autre méthode courante :

- **Spectroscopie Infrarouge (IR) :**

- **Principe :** L'IR analyse l'absorption de la lumière infrarouge par les liaisons chimiques d'une molécule. Chaque type de liaison (C=O, O-H, C-H, etc.) absorbe à des fréquences spécifiques, produisant un "spectre" unique, comme une empreinte digitale moléculaire.
- **Ce que tu chercherais pour l'acide benzoïque (C₆H₅COOH) :**
 - Une bande d'absorption très large et forte entre 2500 et 3300 cm⁻¹, caractéristique de la **liaison O-H de l'acide carboxylique**.
 - Une bande d'absorption forte et nette autour de 1680–1710 cm⁻¹, caractéristique de la **liaison C=O du groupe carboxyle**.
 - Des bandes caractéristiques des liaisons C-H aromatiques (autour de 3000–3100 cm⁻¹ et 700–800 cm⁻¹).
- **Avantage :** C'est une méthode rapide qui donne des informations précieuses sur les groupes fonctionnels présents dans la molécule. Tu pourrais comparer ton spectre avec un spectre de référence d'acide benzoïque.

D'autres méthodes incluent la chromatographie sur couche mince (CCM) pour vérifier la pureté, ou la résonance magnétique nucléaire (RMN H et C) qui donnerait des informations très détaillées sur la structure atomique de la molécule.

TP N°3

1) Indiquer les observations lors de l'expérience

La saponification à chaud est un processus fascinant avec des observations distinctes à chaque étape :

- **Au début (mélange huile + NaOH) :**
 - L'huile et la solution de NaOH sont deux phases distinctes, immiscibles au départ.
 - Le mélange peut sembler trouble ou laiteux au début.
- **Pendant le chauffage et l'agitation :**
 - À mesure que le mélange chauffe, l'huile et la soude commencent à s'émulsifier et à se mélanger plus intimement.
 - La solution va progressivement s'épaissir et changer de consistance. Elle peut devenir plus trouble, plus opaque, et prendre une texture de "trace" (un peu comme une crème anglaise épaisse ou une mayonnaise). C'est le signe que la saponification a commencé et que les molécules de savon commencent à se former et à épaissir la solution.
 - La couleur peut changer légèrement, passant de la couleur de l'huile à une couleur plus pâle ou légèrement jaunâtre/blanchâtre.
 - Un dégagement de vapeur peut être observé (principalement de l'eau).
- **Pendant le "salage" (ajout de NaCl) :**
 - Lorsque du sel (NaCl) est ajouté, vous observerez une **séparation des phases**. Le savon (une substance solide ou semi-solide, souvent sous forme de flocons ou d'une couche épaisse) va remonter à la surface, se séparant de la phase aqueuse contenant la glycérine, l'excès de soude et les impuretés salines. C'est le phénomène de relargage.
 - Le liquide sous le savon sera plus clair, tirant potentiellement sur le jaune pâle.
- **Après filtration/récupération du savon :**
 - Le savon brut sera une masse solide, plus ou moins molle, de couleur blanche à jaunâtre.
 - Il aura une odeur caractéristique de savon.

2) Détailler le mécanisme réactionnel de cette synthèse

La synthèse du savon est une **saponification**, qui est l'hydrolyse basique d'un ester (dans ce cas, un triglycéride, qui est un triester) en présence d'une base forte (NaOH).

Composants clés :

- **Huile végétale (triglycéride) :** Un triglycéride est un triester de glycérol et de trois acides gras à longue chaîne.
$$\begin{array}{l} \text{CH}_2\text{-O-CO-R}_1 \\ \text{CH-O-CO-R}_2 \\ \text{CH}_2\text{-O-CO-R}_3 \end{array}$$
 Où R1, R2, R3 sont les chaînes hydrocarbonées des acides gras (elles peuvent être identiques ou différentes).
- **Hydroxyde de sodium (NaOH) :** La base forte.

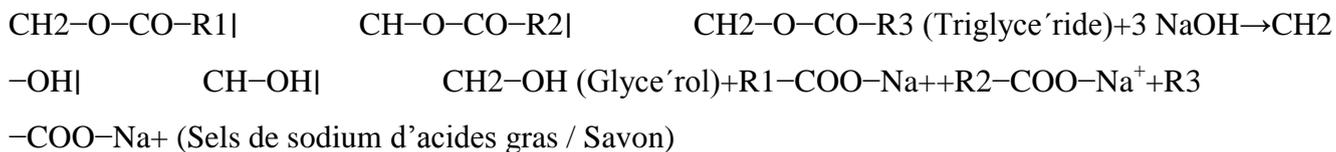
Mécanisme Réactionnel (Hydrolyse Basique / Saponification) :

La saponification se déroule en plusieurs étapes pour chaque groupe ester du triglycéride. Puisqu'il y en a trois, la réaction se produit trois fois par molécule de triglycéride. Nous allons détailler le mécanisme pour un seul groupe ester, sachant qu'il se répète.

1. **Attaque Nucléophile :** L'ion hydroxyde (OH⁻), provenant de la dissociation de NaOH, est un nucléophile puissant. Il attaque le carbone électrophile du groupe carbonyle (C=O) de l'ester. Cela conduit à la formation d'un intermédiaire tétraédrique alkoxyde (chargé négativement sur l'oxygène carbonyle).
$$\text{R-COO-R}' + \text{OH}^- \rightarrow \begin{array}{c} \text{O}^- \\ | \\ \text{R-C-O-R}' \\ | \\ \text{OH} \end{array}$$
2. **Restauration du Groupe Carbonyle et Éjection de l'ion Alkoxyde :** L'électron de l'oxygène chargé négativement de l'intermédiaire tétraédrique revient pour reformer la double liaison C=O. Simultanément, l'ion alkoxyde (R'O⁻) est expulsé comme groupe partant. Cet ion alkoxyde provient de la partie "alcool" de l'ester (ici, une partie du glycérol).
$$\begin{array}{c} \text{O}^- \\ | \\ \text{R-C-O-R}' \\ | \\ \text{OH} \end{array} \rightarrow \text{R-COOH} + \text{R}'\text{O}^-$$
 Note : À ce stade, un acide carboxylique est formé, mais comme le milieu est basique, il sera immédiatement neutralisé.
3. **Transfert de Proton (Neutralisation Acide-Base) :** L'acide carboxylique (R-COOH) formé réagit immédiatement avec l'ion alkoxyde (R'O⁻) ou avec un autre ion hydroxyde présent dans le milieu. L'acide carboxylique perd son proton, formant l'ion carboxylate (R-COO⁻), qui est l'ion savon. L'ion alkoxyde accepte un proton pour former un alcool (le glycérol, dans le cas d'un triglycéride).
$$\text{R-COOH} + \text{R}'\text{O}^- \rightarrow \text{R-COO}^- + \text{R}'\text{OH}$$
 OU
$$\text{R-COOH} + \text{OH}^- \rightarrow \text{R-COO}^- + \text{H}_2\text{O}$$

Réaction Globale pour un Triglycéride :

Puisque le triglycéride a trois fonctions esters, la réaction globale est :



3) Quel est le rôle du carbonate de sodium ?

Le **carbonate de sodium (Na₂CO₃)** n'est pas un réactif direct dans la saponification elle-même (qui utilise NaOH). Cependant, il peut être ajouté après la réaction pour plusieurs raisons, notamment pour le processus de "salage" ou relargage, ou pour améliorer la dureté du savon final.

- **Agent de relargage ("Salage") :** Bien que le chlorure de sodium (NaCl) soit l'agent de relargage le plus couramment utilisé en raison de sa grande efficacité et de son coût, le carbonate de sodium peut aussi contribuer au relargage du savon. Les ions Na⁺ du Na₂CO₃ réduisent la solubilité des micelles de savon dans la phase aqueuse, les forçant à précipiter et à se séparer.
- **Augmenter la dureté du savon :** Les ions carbonate peuvent réagir avec des ions calcium ou magnésium présents dans l'eau dure pour former des précipités insolubles, empêchant ainsi ces ions de réagir avec le savon et de former des "écumes de savon" indésirables. De plus, l'incorporation de Na₂CO₃ (souvent appelé "cristaux de soude" ou "soude de lavage") dans le savon peut augmenter sa dureté et son pouvoir nettoyant.
- **Neutralisation de l'excès d'acide gras (si présent) :** Si l'huile de départ contenait des acides gras libres, le carbonate de sodium (qui est une base plus faible que NaOH mais toujours basique) pourrait les neutraliser pour former du savon, bien que l'hydroxyde de sodium soit plus efficace pour cette tâche.

Important : Dans la plupart des procédés de saponification, le relargage est effectué avec du NaCl. Si Na₂CO₃ est mentionné, c'est généralement pour l'un des rôles ci-dessus en post-traitement.

4) Quel est le but de la recristallisation ?

La recristallisation est une technique de purification. Dans le cas de la synthèse du savon, elle n'est pas couramment utilisée comme elle l'est pour des composés organiques purs cristallins (comme l'aspirine). Le savon est un mélange de sels d'acides gras et n'a pas un point de fusion net ni une structure cristalline simple comme un composé pur.

Cependant, si l'on devait l'appliquer au savon (ou une technique similaire), son but serait :

- **Purification des impuretés :** Dans la fabrication du savon, la phase de "salage" (relargage) est la principale méthode de purification. Elle permet de séparer le savon des impuretés solubles dans l'eau (glycérine, excès de soude, sels inorganiques, pigments).
- **Amélioration de la qualité du savon :** En éliminant ces impuretés, on obtient un savon plus pur, avec une meilleure texture, une meilleure qualité moussante et moins irritant pour la peau.
- **Contrôle de la composition :** Le relargage permet de s'assurer que le savon est exempt d'excès de soude caustique, ce qui est crucial pour sa sécurité d'utilisation.

Bien qu'on ne parle pas de "recristallisation" au sens strict pour le savon, le processus de **lavage et de relargage** est l'équivalent fonctionnel qui vise à purifier le produit final de la même manière que la recristallisation pour d'autres composés. Le savon est souvent fondu, lavé avec de l'eau salée chaude plusieurs fois, puis moulé, plutôt que d'être recristallisé à partir d'un solvant.

5) Déterminer la masse m de produit fini et calculer le rendement de la réaction.

Comme pour l'aspirine, pour répondre à cette question, j'ai besoin de vos **données expérimentales spécifiques** (masses de réactifs utilisées et masse de savon obtenu).

Données nécessaires :

- **Masse d'huile végétale utilisée.**
- **Masse de NaOH utilisée.**
- **Masse de savon pur et sec obtenue après relargage/lavage.**

Procédure pour le calcul théorique et le rendement :

- 1. Connaître la masse molaire moyenne de l'huile végétale :** C'est le point le plus délicat. Une huile végétale est un mélange de triglycérides. Pour un calcul précis, il faudrait connaître la composition exacte de l'huile (types et proportions d'acides gras) pour calculer une masse molaire moyenne des triglycérides.
 - **Simplification pour un TP :** Souvent, pour un TP, on vous donne une masse molaire moyenne typique pour les triglycérides d'huiles végétales (par exemple, environ 800-900 g/mol) ou on vous demande de faire le calcul pour un triglycéride modèle (ex: trioléine, tristéarine). Ou, on peut baser le calcul sur l'indice de saponification de l'huile.
 - **Assumons une masse molaire moyenne typique de triglycéride (Tg) de 880 g/mol.**
- 2. Masse molaire de NaOH :** 40.00 g/mol
- 3. Masse molaire moyenne du savon (sel d'acide gras) :** De même, cela dépend des acides gras. Si le triglycéride est de 880 g/mol, le glycérol est 92.09 g/mol. Le "reste" est les trois acides gras. Si un acide gras moyen a une masse molaire de 280 g/mol, alors le sel de sodium correspondant sera environ $280 - 1.01(\text{H}) + 22.99(\text{Na}) \approx 302$ g/mol. Multipliez par 3 pour 3 moles de savon par mole de triglycéride.
 - **Assumons une masse molaire moyenne d'un sel d'acide gras (savon) de 300 g/mol.**

Calculs :

- 1. Calculer les moles de chaque réactif :**
 - $n_{\text{huile}} = \frac{\text{Masse molaire moyenne de l'huile (g/mol)}}{\text{Masse d'huile utilisée (g)}}$
 - $n_{\text{NaOH}} = \frac{40.00 \text{ g/mol}}{\text{Masse de NaOH utilisée (g)}}$
- 2. Identifier le réactif limitant :** L'équation stœchiométrique est $1 \text{ mole de triglycéride} + 3 \text{ moles de NaOH} \rightarrow 1 \text{ mole de glycérol} + 3 \text{ moles de savon}$. Divisez les moles de NaOH par 3 et comparez à la quantité de moles d'huile. Le réactif en proportion stœchiométrique la plus faible est le réactif limitant.
- 3. Calculer la quantité théorique de savon :**
 - Si l'huile est limitante : $n_{\text{savon (théorique)}} = 3 \times n_{\text{huile limitante}}$
 - Si le NaOH est limitant : $n_{\text{savon (théorique)}} = n_{\text{NaOH limitant}}$
- 4. Convertir les moles en masse théorique :** $\text{Masse théorique} = n_{\text{savon (théorique)}} \times \text{Masse molaire moyenne du savon (g/mol)}$
- 5. Calculer le rendement :**
 $\text{Rendement (\%)} = \frac{\text{Masse de savon (théorique)}}{\text{Masse de savon obtenue (expérimentale)}} \times 100$

Exemple hypothétique : Si vous utilisez 10 g d'huile (M moyenne 880 g/mol) et 2 g de NaOH.

- $n_{\text{huile}} = \frac{10 \text{ g}}{880 \text{ g/mol}} = 0.01136 \text{ mol}$
- $n_{\text{NaOH}} = \frac{2 \text{ g}}{40.00 \text{ g/mol}} = 0.0500 \text{ mol}$
- Réactif limitant : Pour 1 mole d'huile, il faut 3 moles de NaOH. Ratio $n_{\text{NaOH}}/n_{\text{huile}} = \frac{0.0500}{0.01136} = 4.4$. Puisque $4.4 > 3$, cela signifie qu'il y a un excès de NaOH et que l'huile est le réactif limitant.
- $n_{\text{savon}} (\text{théorique}) = 3 \times n_{\text{huile limitante}} = 3 \times 0.01136 \text{ mol} = 0.03408 \text{ mol}$
- Masse théorique du savon = $0.03408 \text{ mol} \times 300 \text{ g/mol} = 10.224 \text{ g}$
- Si vous obtenez 8.5 g de savon : Rendement (%) = $\frac{8.5 \text{ g}}{10.224 \text{ g}} \times 100 = 83.14 \%$

6) Proposer une autre méthode pour l'identification du produit obtenu.

Outre le point de fusion (non pertinent pour le savon pur) ou l'observation visuelle/tactile, voici des méthodes plus spécifiques :

- **Test de pH :**
 - **Principe :** Un savon bien saponifié doit être légèrement basique. Un pH trop élevé indiquerait un excès de soude non consommée (dangereux pour la peau), tandis qu'un pH trop faible pourrait signifier une saponification incomplète ou des acides gras libres.
 - **Identification :** Dissolvez un petit échantillon de savon dans de l'eau distillée et mesurez le pH avec du papier pH ou un pH-mètre. Un bon savon aura un pH entre 8 et 10.
- **Test de mousse et de nettoyage :**
 - **Principe :** Le savon est un tensioactif et doit produire de la mousse et nettoyer.
 - **Identification :** Prenez une petite quantité de savon, mettez-la dans de l'eau et agitez. Si une mousse stable se forme et que le savon a un pouvoir dégraissant (vous pouvez le sentir en frottant vos doigts), cela confirme ses propriétés de savon.
 - **Test de l'eau dure :** Un vrai savon (sel d'acide gras) forme de l'écume avec des ions calcium/magnésium (eau dure), contrairement aux détergents synthétiques. Ajoutez quelques gouttes d'une solution de sel de calcium à une solution de votre savon ; la formation de précipités blanchâtres ou d'une perte de mousse serait indicative d'un savon.
- **Spectroscopie IR (Infrarouge) :**
 - **Principe :** Identifie les groupes fonctionnels.
 - **Identification :** Un spectre IR du savon montrera des bandes caractéristiques des sels d'acides gras :

- Un pic large et intense autour de $3300\text{--}3400\text{ cm}^{-1}$ pour le O–H de l'eau résiduelle ou de la glycérine.
 - Des pics C–H aliphatiques (des chaînes longues d'acides gras) autour de $2850\text{--}2920\text{ cm}^{-1}$.
 - Un pic fort pour le groupe carboxylate (COO^-) autour de $1550\text{--}1610\text{ cm}^{-1}$ (étirement asymétrique) et $1350\text{--}1450\text{ cm}^{-1}$ (étirement symétrique). L'absence de pic C=O de l'ester (autour de 1730 cm^{-1}) ou de l'acide carboxylique (1700 cm^{-1}) indiquerait une saponification complète de l'huile.
 - L'absence ou la très faible intensité de pics provenant de l'huile non réagie ou de l'excès de NaOH.
- **Test de solubilité :**
 - **Principe :** Le savon est soluble dans l'eau chaude et légèrement soluble dans l'eau froide, mais insoluble dans des solvants non polaires comme l'éther de pétrole (contrairement aux huiles non saponifiées).
 - **Identification :** Testez la solubilité d'un petit échantillon de votre produit dans différents solvants pour voir s'il se comporte comme un savon typique.

TPN°4

1) Écrire le mécanisme réactionnel de cette synthèse

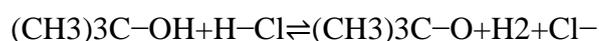
La synthèse du 2-chloro-2-méthylpropane à partir du 2-méthylpropan-2-ol et de l'acide chlorhydrique concentré se fait par un mécanisme de **substitution nucléophile monomoléculaire (SN1)**.

Réactifs :

- 2-méthylpropan-2-ol (alcool tert-butylique) : $(\text{CH}_3)_3\text{COH}$
- Acide chlorhydrique concentré : HCl

Mécanisme SN1 :

Étape 1 : Protonation de l'alcool L'atome d'oxygène de la fonction alcool est basique et est protoné par l'acide chlorhydrique. Cela transforme le groupe $-\text{OH}$ (mauvais groupe partant) en groupe $-\text{OH}_2^+$ (excellent groupe partant, l'eau).



Étape 2 : Formation du carbocation tertiaire (étape déterminante de la vitesse) La molécule d'eau se détache, formant un carbocation tertiaire (le carbocation 2-méthylpropyle). Cette étape est lente et endothermique car elle nécessite la rupture d'une liaison C-O. Le carbocation tertiaire est relativement stable en raison de l'effet hyperconjugaison des trois groupes méthyle.



Étape 3 : Attaque nucléophile L'ion chlorure (Cl^-), qui est un bon nucléophile, attaque rapidement le carbocation électrophile pour former le 2-chloro-2-méthylpropane.



Réaction globale : $(\text{CH}_3)_3\text{COH} + \text{HCl} \rightarrow (\text{CH}_3)_3\text{CCl} + \text{H}_2\text{O}$

2) Pourquoi n'a-t-on pas utilisé le chauffage à reflux ?

On n'utilise généralement **pas de chauffage à reflux** pour cette réaction pour plusieurs raisons :

- **Réaction exothermique et rapide** : L'alcool tert-butylique réagit assez rapidement avec l'acide chlorhydrique concentré à température ambiante ou avec un léger refroidissement. Le chauffage accélérerait trop la réaction, la rendant difficile à contrôler et potentiellement dangereuse (risques de projections, de surchauffe).
- **Volatilité des produits et réactifs** : Le 2-chloro-2-méthylpropane est un composé très volatil (point d'ébullition d'environ 50–51°C). De même, l'alcool tert-butylique (82°C) et l'HCl gazeux (qui peut se dégager de la solution concentrée) sont également volatils. Un chauffage à reflux est utilisé pour éviter la perte de produits volatils lors de réactions qui nécessitent de maintenir le mélange à ébullition pendant une période prolongée. Ici, la réaction ne nécessite pas un chauffage prolongé à ébullition.
- **Mécanisme SN1** : Le mécanisme SN1 est favorisé par un solvant polaire protique (comme l'eau issue du HCl concentré), et la vitesse est principalement déterminée par la stabilité du carbocation intermédiaire. Un chauffage excessif n'est pas nécessaire pour initier ou maintenir la réaction.

Souvent, cette réaction est réalisée avec un **refroidissement par bain de glace** pour contrôler la température et éviter une ébullition trop vigoureuse due à l'exothermie.

3) Pourquoi ajoute-t-on de l'hydrogénocarbonate de sodium ?

L'hydrogénocarbonate de sodium (NaHCO_3), aussi appelé bicarbonate de sodium, est ajouté pour **neutraliser l'excès d'acide chlorhydrique** après la réaction et avant la purification.

- **Neutralisation de l'acide résiduel** : L'acide chlorhydrique est utilisé en excès pour déplacer l'équilibre de la réaction et assurer une conversion complète de l'alcool. Cependant, il reste de l'acide dans le mélange réactionnel après la formation du 2-chloro-2-méthylpropane.
- **Éviter la décomposition du produit** : Le 2-chloro-2-méthylpropane est sensible aux conditions acides. La présence d'acide résiduel peut favoriser des réactions secondaires, notamment des réactions d'élimination (E1) qui conduiraient à la formation d'isobutène ($(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}_2$), un alcène gazeux, ce qui réduirait le rendement en produit désiré.
- **Faciliter la séparation** : En neutralisant l'acide, on forme de l'eau, du chlorure de sodium (un sel inorganique) et du dioxyde de carbone gazeux. Cela permet une meilleure séparation du produit organique (qui est immiscible dans l'eau) de la phase aqueuse contenant les impuretés.

inorganiques et l'excès de réactifs. La couche organique de 2-chloro-2-méthylpropane devient ainsi plus pure et plus facile à isoler.

La réaction de neutralisation est : $\text{HCl(aq)} + \text{NaHCO}_3(\text{s}) \rightarrow \text{NaCl(aq)} + \text{H}_2\text{O(l)} + \text{CO}_2(\text{g})$ Tu observerais un dégagement gazeux de CO_2 lors de cette addition.

4) Quel est le but de la distillation fractionnée ?

La **distillation fractionnée** est une technique de purification utilisée pour séparer les composants d'un mélange liquide dont les points d'ébullition sont relativement proches.

Dans le cas de la synthèse du 2-chloro-2-méthylpropane, le but de la distillation fractionnée est de :

- **Séparer le 2-chloro-2-méthylpropane pur des impuretés résiduelles :**
 - **Eau :** Bien que la majeure partie de l'eau soit éliminée lors des lavages, des traces peuvent subsister.
 - **Alcool tert-butylique non réagi :** Si la réaction n'a pas été complète. Le point d'ébullition du 2-méthylpropan-2-ol est d'environ 82°C .
 - **Produits secondaires :** Comme le 2-méthylpropène (isobutène) si des réactions d'élimination ont eu lieu (il est gazeux à température ambiante mais pourrait être piégé).
 - **Autres impuretés volatiles.**
- **Obtenir un produit purifié :** Le 2-chloro-2-méthylpropane a un point d'ébullition distinct (environ $50\text{--}51^\circ\text{C}$). La distillation fractionnée permet de collecter la fraction qui bout à cette température, assurant ainsi une pureté élevée du produit final. Les composants avec des points d'ébullition plus bas ou plus élevés seront séparés et resteront dans le ballon ou seront collectés dans d'autres fractions.

5) Indiquer les observations lors de l'expérience

En se basant sur une procédure typique de cette synthèse, voici les observations que tu pourrais faire :

- **Mélange initial (alcool tert-butylique et HCl concentré) :**
 - L'alcool tert-butylique est un liquide incolore. L'acide chlorhydrique concentré est une solution aqueuse incolore.
 - Lors de l'addition de l'HCl à l'alcool, le mélange est initialement homogène ou se trouble légèrement.
- **Pendant la réaction (souvent avec agitation et/ou refroidissement) :**

- Le mélange va **se séparer en deux phases non miscibles** au fur et à mesure que la réaction progresse. C'est l'observation la plus caractéristique. Le 2-chloro-2-méthylpropane est un liquide organique apolaire qui est insoluble dans la phase aqueuse acide. Le 2-chloro-2-méthylpropane, moins dense, flottera généralement au-dessus de la couche aqueuse.
- Le mélange peut **chauffer légèrement** (exothermique), d'où l'importance du refroidissement.
- **Lors de l'ajout d'hydrogénocarbonate de sodium :**
 - **Dégagement gazeux (effervescence) :** C'est une observation très claire due à la libération de dioxyde de carbone (CO₂) lors de la neutralisation de l'excès d'acide chlorhydrique.
 - Les deux phases peuvent être plus facilement distinguées après cette étape.
- **Lors du lavage à l'eau/séparation :**
 - Reformation de deux phases, l'une organique (le 2-chloro-2-méthylpropane) et l'autre aqueuse (eau et sels dissous).
- **Lors de l'ajout de desséchant (ex: MgSO₄ anhydre) :**
 - Le desséchant s'agglomère initialement (signe de la présence d'eau).
 - Après un certain temps, les cristaux du desséchant devraient rester "libres" et ne plus s'agglomérer, indiquant que la majeure partie de l'eau a été absorbée.
- **Pendant la distillation fractionnée :**
 - Le liquide commence à bouillir.
 - La température au niveau de la tête de distillation se stabilisera autour du point d'ébullition du 2-chloro-2-méthylpropane (environ 50–51°C). C'est à ce moment que le produit pur est collecté.
 - Avant cela, il peut y avoir une petite fraction qui bout à une température plus basse (traces de produits plus volatils). Après la fraction principale, la température peut augmenter si d'autres impuretés moins volatiles sont présentes.

ANNEX

RISQUE ET Sécurité POUR CERTAIN PRODUIT UTILISABLE DURANT CETTE SERIE DE TP

Produits	Risque	Sécurité
Acide salicylique	Nocif, Provoque de graves lésions des yeux	Porter des gants de protection/un équipement de protection des yeux
Anhydride acétique	Inflammables, Nocif Provoque de graves brûlures de la peau et de graves lésions des yeux	Manipuler sous une hotte qui aspire les gaz dangereux
Alcool benzylique	Inflammable et irritant.	Éviter tout contact avec la peau et les yeux. Ventilation des lieux de travail
Carbonate de sodium	Provoque une sévère irritation des yeux	Porter des gants, un équipement de protection des yeux, du visage
Acide benzoïque	Irritation cutanée, Risque avéré les poumons à la suite d'expositions répétées ou d'une exposition prolongée en cas d'inhalation	Porter des gants de protection Travailler sous haute
2-chloro-2méthylpropane	Inflammable et explosif	
Acide chlorhydrique	Maladies de la peau, Irritation des voies respiratoires	Manipuler en vase clos et à défaut sous hotte aspirante Ne pas stocker le produit (corrosif) avec des métaux en cas de brûlure : laver abondamment à l'eau pendant 10 à 15 minutes...)
NaOH	Irritant, corrosive	manipuler avec des gants, des lunettes de protection et une protection intégrale du visage et des voies respiratoires



Références

1. Vollhardt S. et al., (1999), *Traité de Chimie organique*. De Boeck Université, 3^e édition, p.1
2. Ministère des Solidarités et de la Santé, (2020). Principe actif ou substance active , sur solidarites-sante.gouv.fr,
3. Mercier J P., Godard P., *Chimie organique - Une initiation* (1995).
4. Nathalie M., (2020). Principe actif. futura-sciences. Schrör K. Acetylsalicylic Acid. Weinheim: John Wiley and Sons (2010).
5. Cadavid A., (2017), Aspirin: The Mechanism of Action Revisited in the Context of Pregnancy Complications. *Frontiers in Immunology* 261(8).
6. Nicolaou KC., Montagnon T., (2008), *Molecules that Changed the World*. Weinheim : Wiley-VCH. Vane JR. Inhibition of prostaglandin synthesis as a mechanism of action for aspirin-like drugs. *Nat New Biol* (1971) 231(25):232–5.
7. Vane JR., (1971), Inhibition of prostaglandin synthesis as a mechanism of action for aspirin-like drugs. *Nat New Biol* 231(25) : 232–5.
8. Schrör K., (2010), *Acetylsalicylic Acid*. Weinheim : John Wiley and Sons.
9. David R., (2002), *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, Boca Raton, CRC Press, 83^e éd. p5-89
10. Codex alimentarius,(2009), Noms de catégorie et système international de numérotation des additifs alimentaires .
11. Gergely N., Andrea B., György S., Zoltán S., (2019), Nanodisperse gold catalysts in oxidation of benzyl alcohol: comparison of various supports under different conditions , *Reaction Kinetics, Mechanisms and Catalysis*, vol. 128, p. 71–95
12. Moor, C et Snauwaert, P., 2011.
13. Moyen, M et Van puyvelde, L. 2009. *Le savon*. Elocution. p. 1-8.
14. Kaufmann, H., Hädener, A., (1996), *Grundlagen der organischen Chemie (fondamentaux de chimie organique)*, 10e édition, Birkhäuser Verlag.
15. substitution reaction (1997), *Compendium of Chemical Terminology* , IUPAC.

16. ATIK B. et al., (2007), Composition chimique de L'huile essentielle de *Romarin officinalis* L poussant à l'état spontané et cultivé de la région de Tlemcen. *Biologie & santé* .7 :6-11.
17. GONZELEZ T. et al., (2007), Evaluation of antinociceptive effect of *Romarin officinalis* L.using three différent experimental models in modents .*theopharmacol.* 111:476-482.
18. QUEZEL P., SANTA S., (1963), Nouvelle Flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales. Tome II, CNRS, Paris, (1963) : pp 600.
19. MARIE ELISABETH L., (2005), Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles : p 23,52.
20. Run-Cang Sun, (2010), Cereal straw as a resource for sustainable biomaterials and biofuels: Chemistry, extractives, lignins, hemicelluloses and cellulose. Elsevier, Amsterdam.
21. Didier, P., et Andreas, W., (2001), « Hygiène des mains : nouvelles recommandations », *Swiss-NOSO*, p. 25-31
22. Kampf,G., « Efficacy of ethanol against viruses in hand disinfection », *Journal of Hospital Infection*, vol. 98, n° 4, 2018, p. 331-338