Rapport de manipulation 1 : Synthèse Weiss-Cook

Tableau d'engagement de la réaction :

Réactifs	Etat physique	Volume (mL)	Masse molaire (g/mol)	Masse volumnique(g/mL)	n (mmol)	Equivalent
2,3-butanedione (biacetyl)	Liquide	3,2	86,09	0,99	36,8	1.01
dimethyl-1,3-acetonedicarboxylate	Liquide	10,5	174.15	1,206	72,7	1

Protocole synthèse du produit intermédiaire :

- Peser avec une balance **0,56 g de bicarbonate de sodium** et les verser dans un ballon bicol de 250mL (*bien rincer la coupelle avec de l'eau*), ajouter une olive aimantée.
- Bien attacher le ballon et le placer dans le chauffe-ballon (ne pas l'allumer pour l'instant)
- Mesurer **72 mL d'eau distillée** à l'aide d'une éprouvette graduée et les verser dans le ballon.
- Commencer l'agitation pour dissoudre le solide.



Masse de réactif introduite

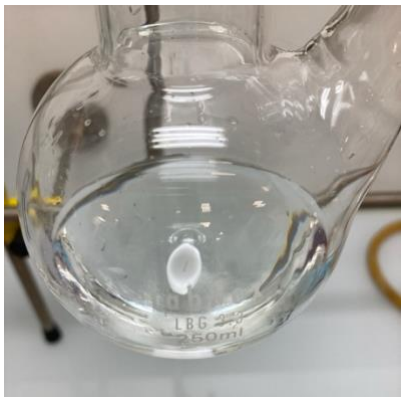


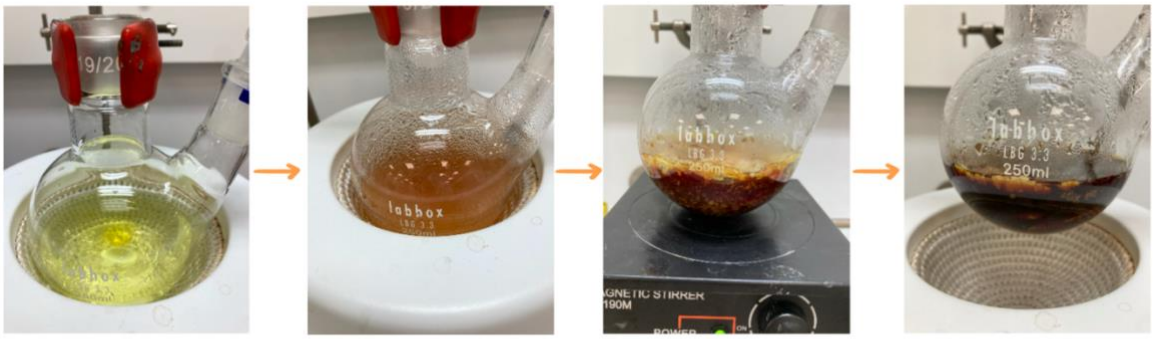
Photo du milieu réactionnel avant dissolution



Photo du milieu réactionnel après dissolution

- Prélever **10,5 mL de dimethyl-1,3-actonedicarboxylate** à l'aide d'une pipette graduée de 15mL et les verser dans le ballon.
- Agiter fortement en rajoutant **3,2 mL de 2,3-butanedione** à l'aide d'une pipette graduée de 5mL (📷 cf photo évolution du milieu réactionnel)
- Rincer hardiment la pipette graduée à l'acétone et la laisser sécher sous hôte avant de la placer dans les sauts de lavage.

- Ajouter le reflux et lancer l'eau et ajouter le thermomètre.
- Régler la température à 55° C, (lancer le chrono !) et agiter pendant une heure.
- Faire une CCM au bout de 45 min et une au bout d'une heure. 📸
- ***Photo Evolution du milieu réactionnel et montage***

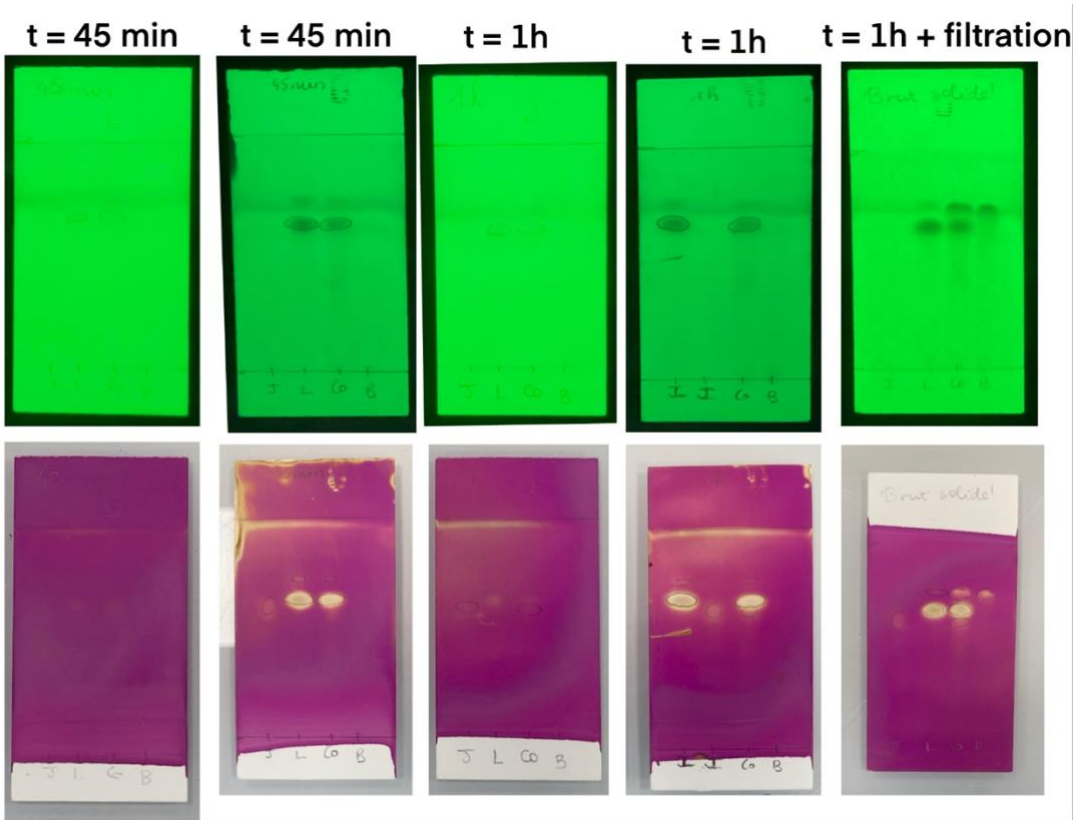


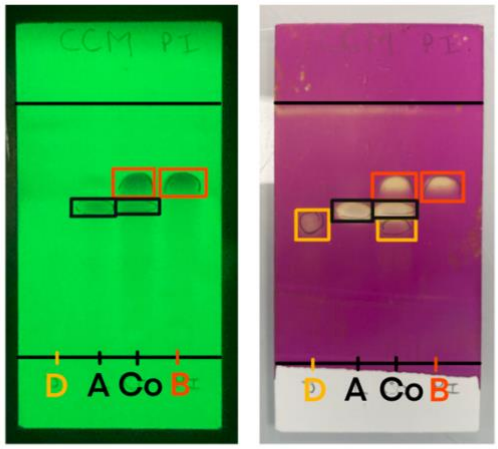


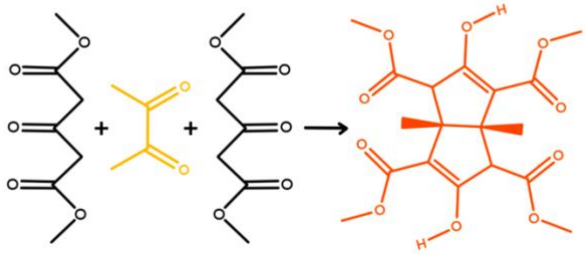
Couleur du milieu réactionnel pendant la réaction : évolution de la couleur du milieu réactionnel du jaune vers l'orange puis le caramel.

Le milieu réactionnel se trouble au bout de 10 min et des morceaux de solide apparaissent au bout de 15 min : c'est le produit intermédiaire qu'il va falloir récupérer.

Temps de chauffage : 1h
Puissance du ballon : 150 W







Suivi CCM inexploitable car brut réactionnel trop diluée

La CCM tout à droite et celles du dessous montre que le produit est bien synthétisé et pur => on peut directement l'utiliser pour la prochaine réaction

- Refroidir le méthanol dans un bain de glace.

- Retirer le chauffe ballon et laisser refroidir 15 min.
- Filtration Büchner avec du méthanol jusqu'à ce que le filtrat soit transparent. (📷 photo montage+ du solide dans le Büchner)
- Couper le vide et triturer : rajouter du méthanol de sorte à couvrir le produit et mélanger pour faire une « boue »
- Rallumer le vide si le filtrat n'est toujours pas transparent répéter la trituration.
- Laisser le vide pendant 15 min. (📷 photo du solide)
    - ***Photo du montage de refroidissement du milieu réactionnel***





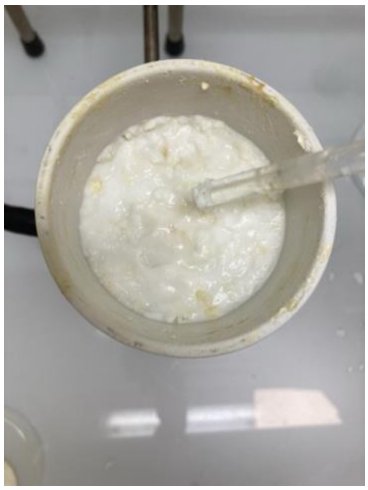
Filtration Büchner et trituration avec du méthanol

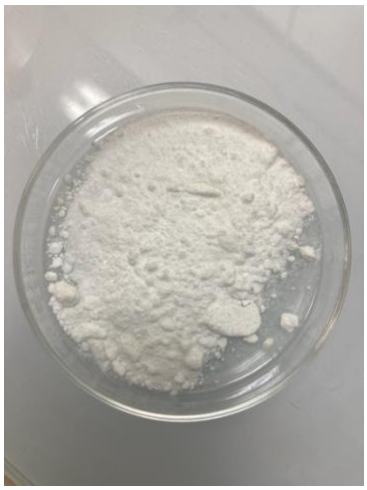




Photo du montage de filtration :

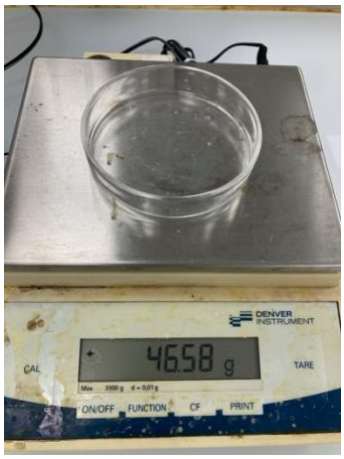
Le solide semble être jaune orangé juste après la filtration

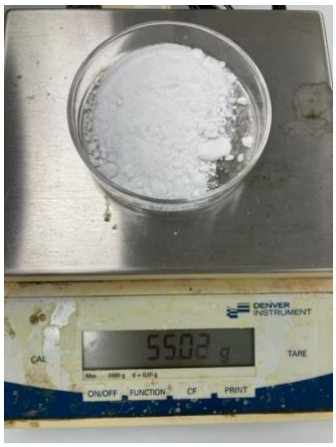




- **À gauche : Lors de la trituration avec du méthanol, le solide forme une boue qui passe du jaune/orangé au blanc au cours de la trituration.**
- **À droite, après trituration et passage à l'étuve, le solide forme une poudre parfaitement blanche**

- Transvaser le solide directement dans le récipient où on veut le conserver et laisser sécher à l'étuve jusqu'à ce que la masse ne varie plus
- Mesurer la masse (📷 photo de la masse mesurée, + photo du solide dans son récipient)





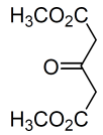
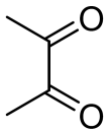
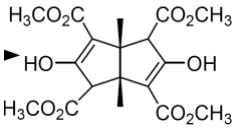
Masse du récipient vide : 46,55g (trouver une autre photo)
Masse du récipient plein : 55,02g (avant passage à l'étuve)

Masse mise à l'étuve : 54,48g
Masse après 30min à l'étuve : 54,48 g

Masse de solide obtenue : 8,47 g

Calcul du rendement

Quantité de matière maximale théorique : n_{max} = 36,3mmol (cf tableau qui suit)

Réactif 1 : **Dimethyl-1,3-actonedicarbpxylate**  **Masse molaire: 174,15 g/mol** **Volume initial: 10,5 mL** **Masse volumique : 1,206 g/mL** **Quantité de matière initiale: 72,7 mmol** **Quantité de matière sur nombre stœchiométrique n_0= n/2 = 36,3 mmol**	**Réactif 2 :** **2,3-butanedione (biacetyl)**  **Masse molaire: 86,09 g/mo** **Volume initial: 3,2 mL** **Masse volumique : 0,99 g/mL** **Quantité de matière initiale: 36,8 mmol**
Produit **18 carbones // 10 oxygènes // 20 hydrogènes** **Molaire du produit : 398 g/mol** **Masse de produit obtenue : 8,47 g** **Quantité de matière finale : n = m/M = 2,13 x 10^{-2}mol= 0,0213 mol** 	

R =n_{exp}/n_{max}=0,0213/0,0363= 58.6 %

- ⇨ **Rendement un peu plus faible que ce qui est attendu théoriquement (63% à 86% théoriquement)**
- ⇨ **Sûrement dû aux difficultés à garder une température constante dans le ballon (varie rapidement entre 50°C et 65 °C)**

Protocole expérimental : Recristallisation

1. Placer **0,5 g** du composé solide à purifier (récupéré après filtration Buchner et passage à l'étuve) dans un ballon bicol comportant un olive aimanté et l'insérer dans un montage de chauffage à reflux (réfrigérant à eau, chauffe ballon/agitateur magnétique, support élévateur et ballon bicol)

2. Adapter une ampoule de coulée remplie avec le solvant de recristallisation, ici l'éthanol, sur le rodage latéral du ballon. Mettre un trait volume initial-> 📷 montage



3. Recouvrir le solide avec le minimum de solvant mettre un trait volume final sur ampoule de coulée.
4. Chauffer de sorte à porter le milieu au reflux du solvant et agiter

Temps de chauffage : 15 minutes
Puissance du ballon : 150 Watt
Volume d'éthanol introduit : environ 4-5mL

5. Si le solide est totalement dissous, arrêter le chauffage, baisser le support élévateur et déplacer le système de chauffage pour ramener le système à température ambiante. Sinon, ajouter du solvant par petites quantités jusqu'à dissolution complète. Prendre soin d'attendre le reflux entre chaque ajout. ->📷 photo du solide complètement dissous **(non trouvée !!!)**
6. Laisser le ballon revenir à température ambiante lentement
7. Refroidir le bêcher d'éthanol
8. Étape optionnelle- si le solide a du mal à précipiter : plonger le ballon dans un bain de glace (sans renverser) ou gratter le fond du ballon avec une baguette en verre, ou tapoter les parois du ballon.
9. Une fois le solide recristallisé (il précipite à froid) ->📷 du solide dans ballon **(non trouvée !!)** réaliser une filtration Buchner et le laver à l'aide du solvant de recristallisation préalablement refroidi, (afin de re solubiliser le moins de produit possible) ->📷 photo dans Buchner **(non trouvée !!!)**

10. Une fois le solide séché à l'étuve, -> 📷 photo solide **(à prendre la prochaine fois)** (mesurer de nouveau sa température de fusion et réaliser une nouvelle CCM et la comparer avec la précédente.

-> 📷 photo solide purifié sur banc Kofler et CCM (peut le faire la prochaine manip)





Photo du solide non dissou en début de recristallisation

Masse précise introduite du composé: 0.495 g
Masse de la coupelle vide: 25.64 g
Masse de la coupelle pleine: 25.901 g
Masse de solide recristallisé: 0.261 g





Photo du solide introduit dans le ballon lors de la recristallisation



Photo masse de la coupelle vide

Rendement de recristallisation:
R = 0.261/0.495 = 0.53
=> rendement de 53 %

Température de fusion avant recristallisation : (fait à la séance 2)
Température de fusion après recristallisation : (fait à la séance 2)
Test à froid et à chaud du composé dans tube à essai dans l'éthanol 📸 (fait à la séance 2)

Test à chaud et à froid du composé de recristallisation dans un tube à essai dans l'éthanol pur (réalisée en deuxième séance)







Figure 1: **Schéma du dispositif** **On place le produit à recristalliser dans un tube à essai avec de l'éthanol pur** **On chauffe le tube à essai avec un décapeur thermique**	**A froid: Avant chauffage** **On remarque que le solide ne se dissous pas dans l'éthanol** **Le mélange est hétérogène**	**A chaud: Après chauffage** **A chaud, le solide est entièrement dissous et on a une seule phase homogène**

Pour les CCM

- Préparer l'éluant : **mélange de 50 mL de cyclohexane ? et 50 mL d'acide acétique** avec éprouvette graduée
- Faire une CCM des 2 réactifs seuls => voir si peut les voir à l'UV ou si révélation chimique nécessaire au permanganate de potassium

Produit	**Pictogramme de sécurité**	**CAS number**	**Prix / quantité (approximatif)**	**Référence**
2,3-butanedione (biacetyl)		431-03-8	**47.30 €/ 1 mL**	**11038-1ML-F**

dimethyl-1,3-acetonedicarboxylate		1830-54-2	34.80 €/ 25G	D138002-25G
Bicarbonate de sodium	/	603-76-9	28.90 €/ 25G	S6014-25G
Méthanol		67-56-1	43.00 €/ 1L	34860-1L-R
glacial acetic acid		64-19-7	33.80 €/100 mL	695092-100ML
1M hydrochloric acid solution		7647-01-0	36.50 €/ 25 mL	258148-25ML
Acétate d'éthyle		141-78-6	31.00 €/ 500 mL	319902-500ML
25% Hydroxyde de sodium		1310-73-2	24.80 €/ 25g	221465-25G
200 proof ethanol		64-17-5	134.00 €/ 1L	E7023-1L
heptane		142-82-5	75.60 €/ 1L	H2198-1L
Acétone		67-64-1	43.90 €/ 500 mL	179124-500ML
Sulfate de sodium	/	7757-82-6	30.90 €/ 500 g	239313-500G