



جامعة وهران للعلوم والتكنولوجيا - محمد بوضياف  
**Université des Sciences et de la  
Technologie d'Oran Mohamed BOUDIAF**  
كلية الكيمياء  
**Faculté de Chimie**



# **POLYCOPIE**

## **TP Chimie Organique**

**(Schéma détaillé du mode opératoire)**

**Pour les étudiants de Chimie L2**

**(Génie des procédés et Pétrochimie)**

**Présenté par**

**Dr N.Belhadj**

**Dr M.Khiat**



## La Sécurité dans un laboratoire de chimie

Les travaux pratiques (TP) de chimie entraînent nécessairement l'utilisation :

- d'éléments de verrerie fragiles (éprouvettes, ballons, réfrigérants, colonnes de distillation...),
- d'appareils de chauffage (plaques, chauffe-ballon, banc Kofler, bec bunzen...),
- ainsi que l'utilisation de produits chimiques (solvants, acides, bases, oxydants, indicateurs colorés, sels...).

Il est donc indispensable de respecter un certain nombre de consignes élémentaires destinées d'une part à assurer sa propre sécurité, et d'autre part à préserver ce matériel et ces produits. Voici les principales règles à respecter lors des TP de chimie...

### I. Consignes de sécurité :

La sécurité au laboratoire est un problème de tous les instants et ne doit pas quitter l'esprit. La plupart des composés organiques sont inflammables. Quelques un dégagent des vapeurs irritantes et toxiques et certaines réactions peuvent devenir violentes. D'une manière générale, il est indispensable de suivre les consignes suivantes:

1. Par mesure d'hygiène, il est interdit de manger dans le laboratoire.
2. Le port de la blouse 100% coton est obligatoire. La blouse doit être de longueur raisonnable et à manches longues.
3. Les étudiants doivent toujours manipuler debout. Aucun objet ne doit encombrer les paillasses.
4. Les tabourets ou les chaises doivent être rangés sous les paillasses afin de ne pas encombrer les allées.
5. Toute manipulation de produits chimiques présentant un risque doit être réalisée sous une hotte ventilée, avec vitres protectrices.
6. Le pipetage à la bouche est interdit. Utiliser les pro pipettes.
7. IL est interdit de regarder de près les récipients contenant des liquides en ébullition.
8. Ne pas respirer le contenu d'un récipient pour l'identifier à son odeur. Reboucher tout flacon immédiatement après usage.

9. Ne jamais prendre de produits solides avec les doigts, utiliser une spatule.
10. Utiliser des verreries résistantes aux hautes températures (verrerie Pyrex) lorsqu'il faut chauffer.
11. Éviter de faire subir des chocs thermiques à la verrerie (ne pas refroidir brutalement un récipient chaud).
12. Les paillasses doivent être nettoyées au cours de la séance et laissées parfaitement propres et sèches en fin de séance.
13. Il est impératif de se laver soigneusement les mains après manipulation.
14. Il est recommandé de ne jamais jeter dans les éviers de laboratoires, les produits à risque : Verser les solutions dans les flacons de récupération prévus à cet effet.

**PRODUITS CHIMIQUES**

**Les 9 nouveaux pictogrammes de danger**

Dangers physiques

**J'EXPLOSE**

- Je peux exploser, suivant le cas, au contact d'une flamme, d'une étincelle, d'électricité statique, sous l'effet de la chaleur, d'un choc, de frottements...



Dangers pour la santé

**JE FLAMBE**

- Je peux enflammer, suivant le cas, au contact d'une flamme, d'une étincelle, d'électricité statique, sous l'effet de la chaleur, de frottements, au contact de l'air ou au contact de l'eau si je dégage des gaz inflammables.



Dangers pour l'environnement

**JE FAIS FLAMBER**

- Je peux provoquer ou aggraver un incendie, ou même provoquer une explosion en présence de produits inflammables.



Dangers pour l'environnement

**JE SUIS SOUS PRESSION**

- Je peux exploser sous l'effet de la chaleur (gaz comprimés, gaz liquéfiés, gaz dissous).  
- Je peux causer des brûlures ou blessures liées au froid (gaz liquéfiés réfrigérés).



Dangers pour l'environnement

**JE RONGE**

- Je peux attaquer ou détruire les métaux.  
- Je ronge la peau et/ou les yeux en cas de contact ou de projection.



Dangers pour l'environnement

**JE TUE**

- J'empoisonne rapidement, même à faible dose.



Dangers pour l'environnement

**J'ALTÈRE LA SANTÉ**

- J'empoisonne à forte dose.  
- J'irrite la peau, les yeux et/ou les voies respiratoires.  
- Je peux provoquer des allergies cutanées (eczéma par exemple).  
- Je peux provoquer somnolence ou vertiges.



Dangers pour l'environnement

**JE NUIS GRAVEMENT À LA SANTÉ**

- Je peux provoquer le cancer.  
- Je peux modifier l'ADN.  
- Je peux nuire à la fertilité ou au fœtus.  
- Je peux altérer le fonctionnement de certains organes.  
- Je peux être mortel en cas d'ingestion puis de pénétration dans les voies respiratoires.  
- Je peux provoquer des allergies respiratoires (asthme par exemple).



Dangers pour l'environnement

**JE POLLUE**

- Je provoque des effets néfastes sur les organismes du milieu aquatique (poissons, crustacés, algues, autres plantes aquatiques...).



## TP 01 : Synthèse et propriétés des savons

### I. Introduction

Les premiers savons dits durs ont été élaborés dans le nord de l'actuelle Syrie au VIII<sup>e</sup> siècle. Le savon d'Alep est obtenu par traitement à chaud d'huile d'olive par de l'hydroxyde de sodium (ou soude). Le processus chimique qui permet d'obtenir du savon est :



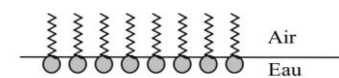
Les deux produits de la réaction sont séparés lors de l'opération de relargage. La technique, pratiquée à l'ancienne, dure plus d'une semaine et comprend trois phases.

Les savons sous forme solide, sont des mélanges de carboxylate de sodium  $\text{RCOONa}$  (s) et de carboxylate de potassium  $\text{RCOOK}$ (s). L'ion carboxylate  $\text{RCOO}^-$  est l'espèce active du savon.

#### I.1 Propriétés des savons

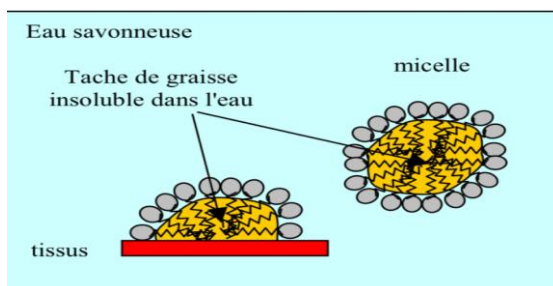
Le savon naturel a des propriétés détergentes, c'est à dire qu'il a le pouvoir, lorsqu'il est appliqué sur une surface quelconque, de détacher les impuretés grasses adhérentes à cette surface et de les mélanger à l'eau. Comme les impuretés grasses manquent d'affinité à l'eau (hydrophobe), nous avons besoin d'un pont entre l'eau et les impuretés.

- Les propriétés détergentes des savons sont dues aux ions carboxylate  $\text{RCOO}^-$
- Les ions carboxylate  $\text{RCOO}^-$  ont:
  - une tête hydrophile (qui aime l'eau) ( $-\text{COO}^-$ ) chargée négativement qui s'entoure facilement de molécules d'eau polaires
  - une extrémité lipophile (qui aime la graisse), donc hydrophobe, qui n'interagit pas avec les molécules d'eau.



Disposition des ions  $\text{RCOO}^-$  à la surface de l'eau

- Dans une eau savonneuse à faible concentration, les ions carboxylate s'organisent en petites sphères d'environ 100 nm de diamètre appelées **micelles**.
- Au contact du tissu contenant une tache de graisse les ions carboxylate s'organisent comme le montre le document ci-dessous :



Les savons n'aiment pas la présence de certains ions comme le calcium et le magnésium : en effet, si une eau contient beaucoup de ces ions, il se produit le même phénomène que le relargage, c'est à dire une précipitation des savons.

Malheureusement dans ce cas, ce n'est pas voulu et les savons ne moussent pas, leur propriété détergente est alors moins importante.

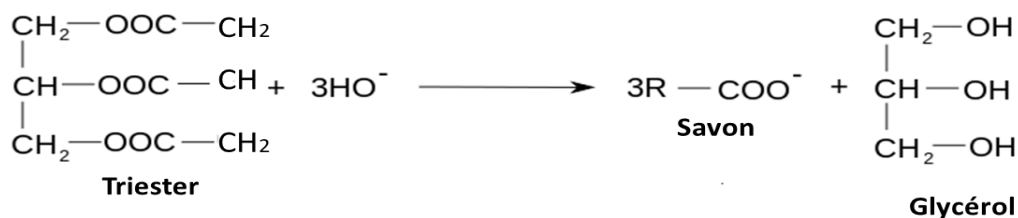
Ces eaux qui ne permettent pas aux savons de mousser, sont appelées des eaux dures, dures pour « dures à mousser ». Un bon exemple de celles-ci est l'eau de mer : essayer de vous laver dans la mer et voyez le résultat.

## **II. But**

Synthèse d'un savon à partir d'une huile alimentaire et mettre en évidence quelques propriétés du savon fabriqué.

## **III. Principe**

Les savons sont obtenus par réaction de saponification de Triesters appelée corps gras ou triglycérides. L'action de l'hydroxyde de sodium (soude) ou de potassium (potasse) sur le triester conduit à le carboxylate de sodium (ou de potassium) constituant le savon et à du propan-1,2,3-triol (glycérol).



La fabrication du savon se fait en plusieurs étapes :

- La saponification, qui est une transformation chimique qui permet d'obtenir le savon mélangé à d'autres substances.
- Le relargage, qui permet de faire précipiter le savon grâce à une solution très concentré en sel.
- La filtration, qui permet d'isoler le savon des autres substances

#### IV. Produits et matériels utilisés :

Matériels	Produits
Montage pour chauffage a reflux <ul style="list-style-type: none"> <li>• Ballon (250 ml)</li> <li>• Chauffe-ballon</li> <li>• Pierres ponce</li> <li>• Réfrigérateur</li> <li>• Verre à montre</li> <li>• Spatule</li> <li>▪ Erlenmeyer (100 ml)</li> <li>▪ Éprouvette</li> <li>▪ Entonnoir + Papier filtre</li> <li>▪ Gants et lunette de protection</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Huile alimentaire</li> <li>• Éthanol</li> <li>• Solution alcoolique de soude à 4 mol/L</li> <li>• Solution concentrée de chlorure de sodium</li> <li>• Eau distillée</li> </ul>

#### V. Mode opératoire

##### a) Principe du chauffage à reflux

Certains espèces chimiques peuvent être vaporisées (celles qui sont volatiles, c'est-à-dire celles qui ont une température d'ébullition relativement faible).

Les vapeurs s'élèvent et atteignent le réfrigérant vertical. Ce mouvement ascendant des vapeurs est appelé flux. Dans le réfrigérant les vapeurs se condensent et les liquides résultant



de cette condensation coulent Vers le bas dans le ballon. Ce mouvement descendant de liquide est le reflux.

#### b) Rôle de grain de pierre de ponce

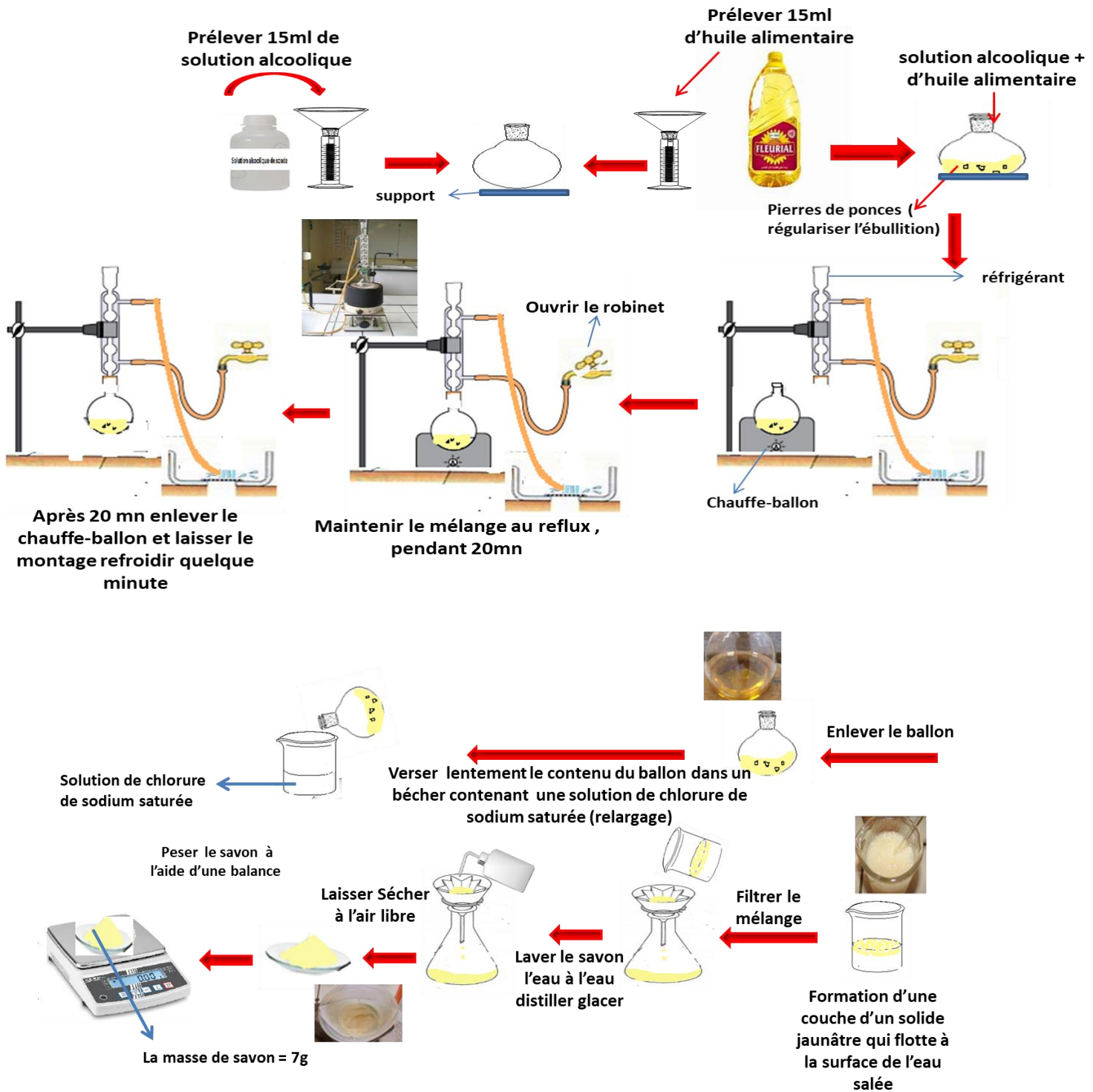
Les grains de pierre de ponce n'ont pas de rôle chimique. Ils jouent un rôle mécanique dont l'effet est de réguler (modérer) l'ébullition du mélange. Cela limite le bouillonnement.

#### c. Les étapes du Mode opératoire

- Réaliser le montage de chauffage à reflux
- Dans un ballon de 250 mL, introduire à l'aide d'éprouvette 15 mL l'huile alimentaire et quelques grains de pierre ponce 15 mL de solution de soude à 4 mol/L
- Placer le réfrigérant à eau et on chauffe le mélange réactionnel durant environ 30 mn sans dépasser 100°C, le mélange devient progressivement visqueux
- Verser avec précaution le contenu du ballon dans un bêcher contenant une solution de chlorure de sodium saturée (20 g de NaCl dans 100 mL d'eau). Le savon précipite (formation d'une couche d'un solide jaunâtre qui flotte à la surface de l'eau salé) cette opération est appelée relargage.
- Sécher le solide obtenu (savon) sur un verre de montre jusqu'à l'obtention une masse constante afin de calculer le rendement de saponification

**Le savon synthétisé contient encore de la soude. Son usage est interdit**

d. schéma détaillé du mode opératoire





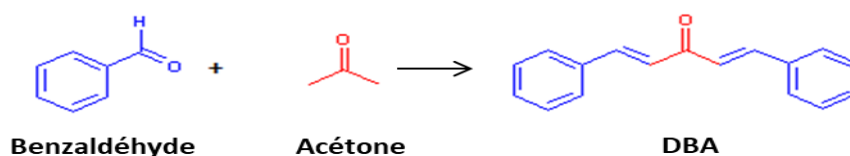
## TP 02 : Synthèse de la dibenzylideneacétone (DBA)

### I. But

Synthèse de la dibenzylideneacétone (DBA) qui est le cinnamone ou 1,5-diphénylpenta-1,4-diène-3-one dont les dérivés peuvent trouver des applications en catalyse, en chimie organique et dans le domaine médical.

### II. Principe

La dibenzylideneacétone est synthétisée par une réaction de condensation en milieu basique du benzaldéhyde et de l'acétone.



### III. Produits et matériels utilisés

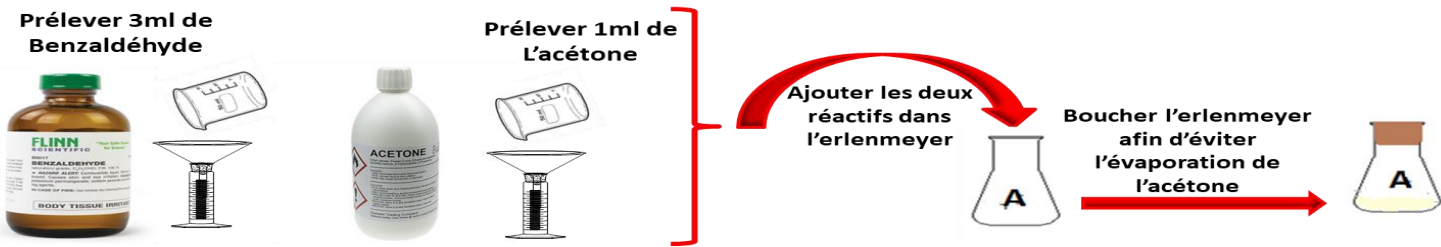
Matériels	Produits
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Erlenmeyer (25 mL)</li> <li>▪ Erlenmeyer (100 mL)</li> <li>▪ Barreaux magnétiques</li> <li>▪ Filtre Büchner</li> <li>▪ Papier filtre</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Benzaldéhyde</li> <li>▪ Acétone</li> <li>▪ NaOH</li> <li>▪ Éthanol</li> <li>▪ Eau glacée</li> </ul>

### IV. Mode opératoire

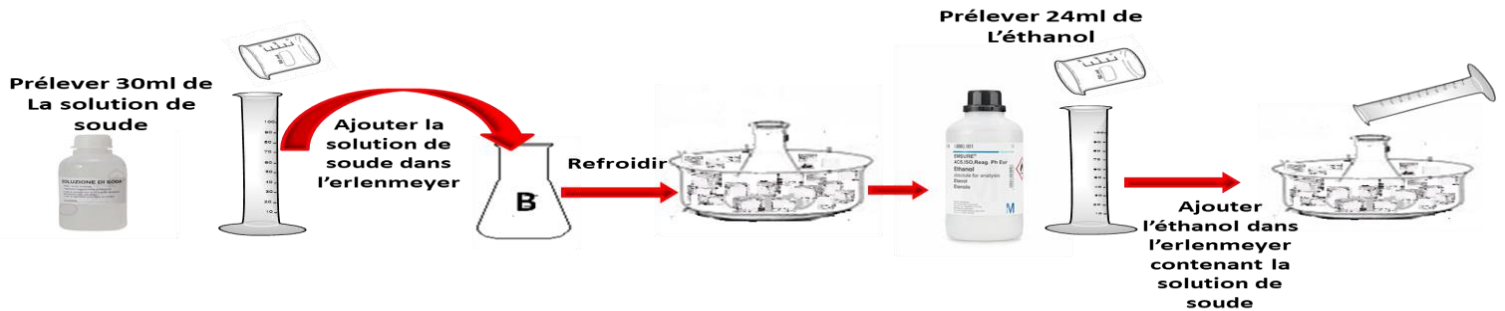
- Dans un erlenmeyer (25mL) (A), peser 3,18 g ()de benzaldéhyde puis 0,9 g() d'acétone. Boucher l'erlenmeyer afin d'éviter l'évaporation de l'acétone.
- Dans un erlenmeyer de 100 mL (B). Verser 30 mL de la solution de soude 100 g/L. Refroidir puis ajouter 24 mL d'éthanol.
- Transverser avec précaution en agitant la moitié du mélange (A) acétone-benzaldéhyde dans (B).
- Au bout de 2 à 3 mn, il se forme un précipité. Après 15 mn, ajouter tout en agitant, le reste du mélange (A) dans (B).
- Rincer l'erlenmeyer avec un peu d'éthanol et agiter pendant 20 mn.
- Filtrer sur Büchner, laver le précipité à l'eau glacée puis essorer le produit.
- Peser le produit brut

a- Schéma détaillé du mode opératoire

Etape 1



Etape 2

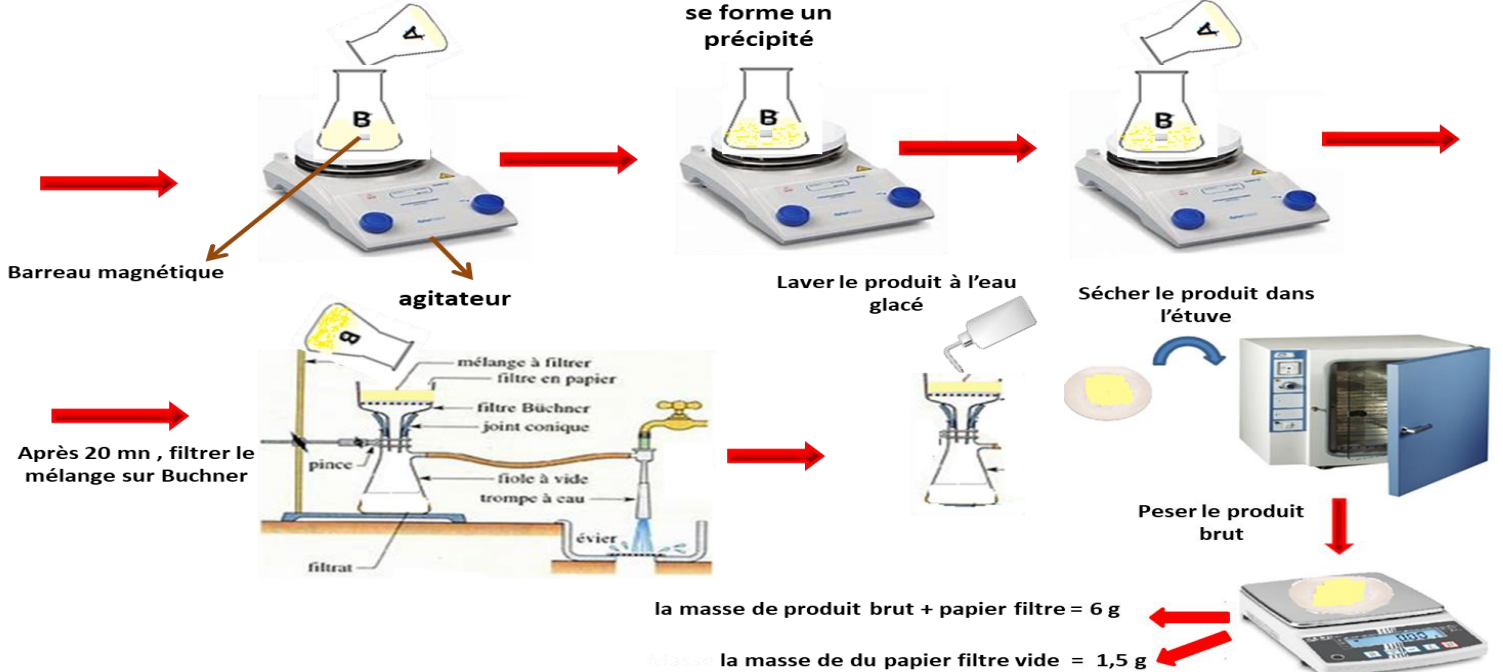


Etape 3

Transvaser la moitié du mélange A dans (B) et agiter

Au bout 3mn, il se forme un précipité

Après 15 mn, tout en agitant ajouter le reste du mélange A dans B





## TP03. Synthèse de l'acide acétylsalicylique (Aspirine)

### I. Introduction

L'acide acétylsalicylique (AAS), plus connu sous le nom commercial d'aspirine, est la substance active de nombreux médicaments aux propriétés antalgiques, antipyrétiques et anti-inflammatoires. Il est aussi utilisé comme antiagrégant plaquettaire. Il s'agit d'un anti-inflammatoire non stéroïdien. C'est un acide faible, dont la base conjuguée est l'anion acétylsalicylate.

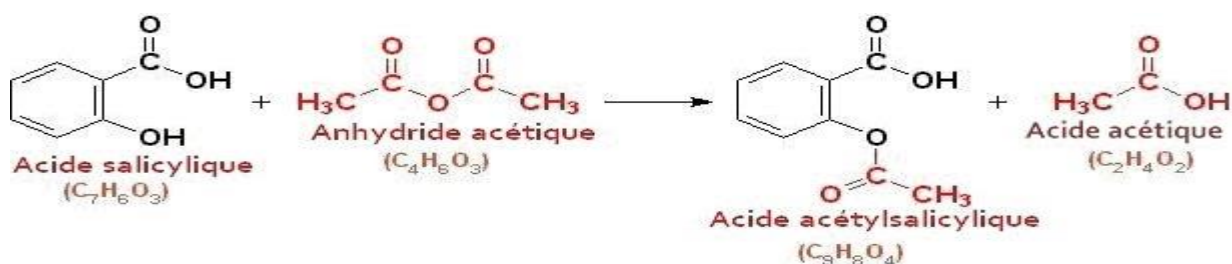
### II. But

Synthèse de l'aspirine (acide acétylsalicylique)

### III. Principe

Le mécanisme de la réaction d'acétyl implique une addition nucléophile de l'oxygène du phénol sur le groupe carbonyle de l'anhydride d'acide suivis d'une fragmentation de l'intermédiaire formé. Le dérivé acétyle de l'acide salicylique obtenu est l'acide 2-acétyloxybenzoïque.

La formation de l'acide acétylsalicylique (ou aspirine) se fait selon le schéma réactionnel suivant :



La réaction a lieu sans solvant et l'aspirine brute est séparée du catalyseur et de l'acide acétique formé par lavage avec de l'eau (ou l'aspirine est peu soluble) et est recristallisée dans un mélange éthanol/eau.

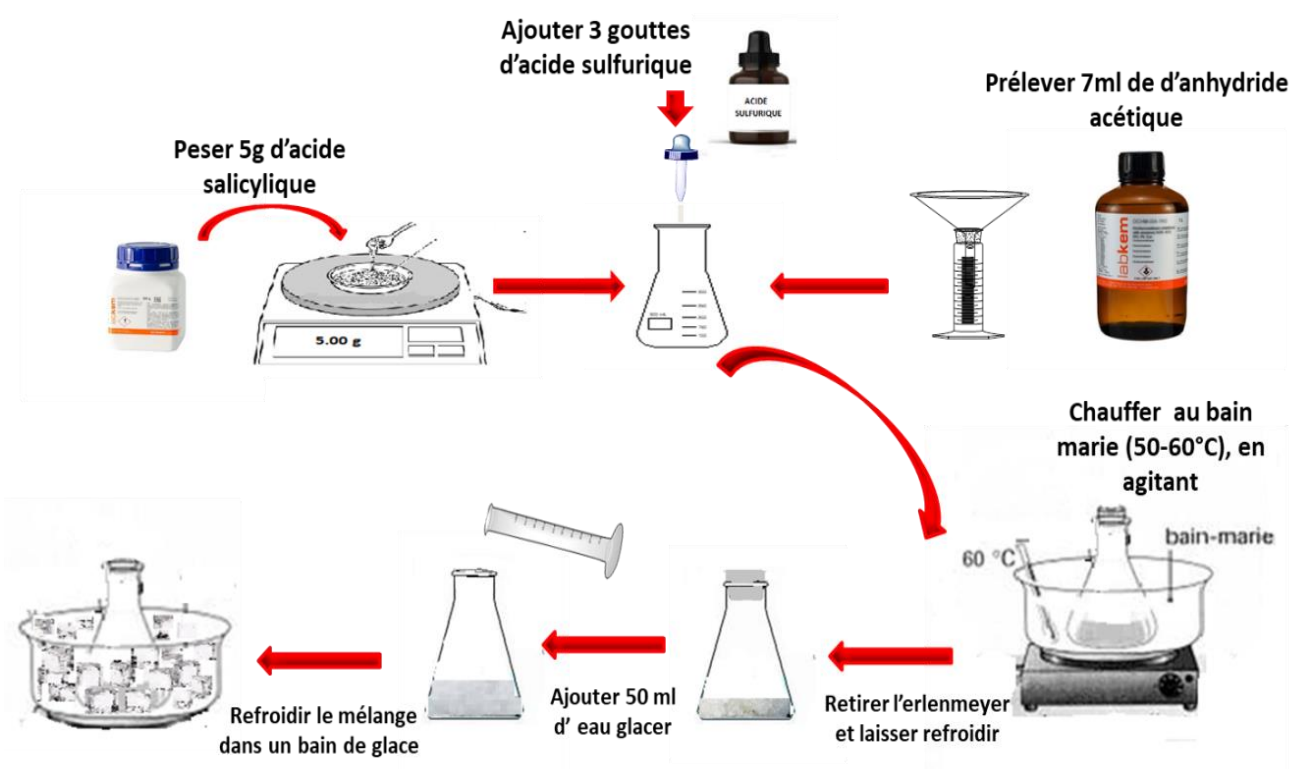
#### IV. Produits et matériels utilisés

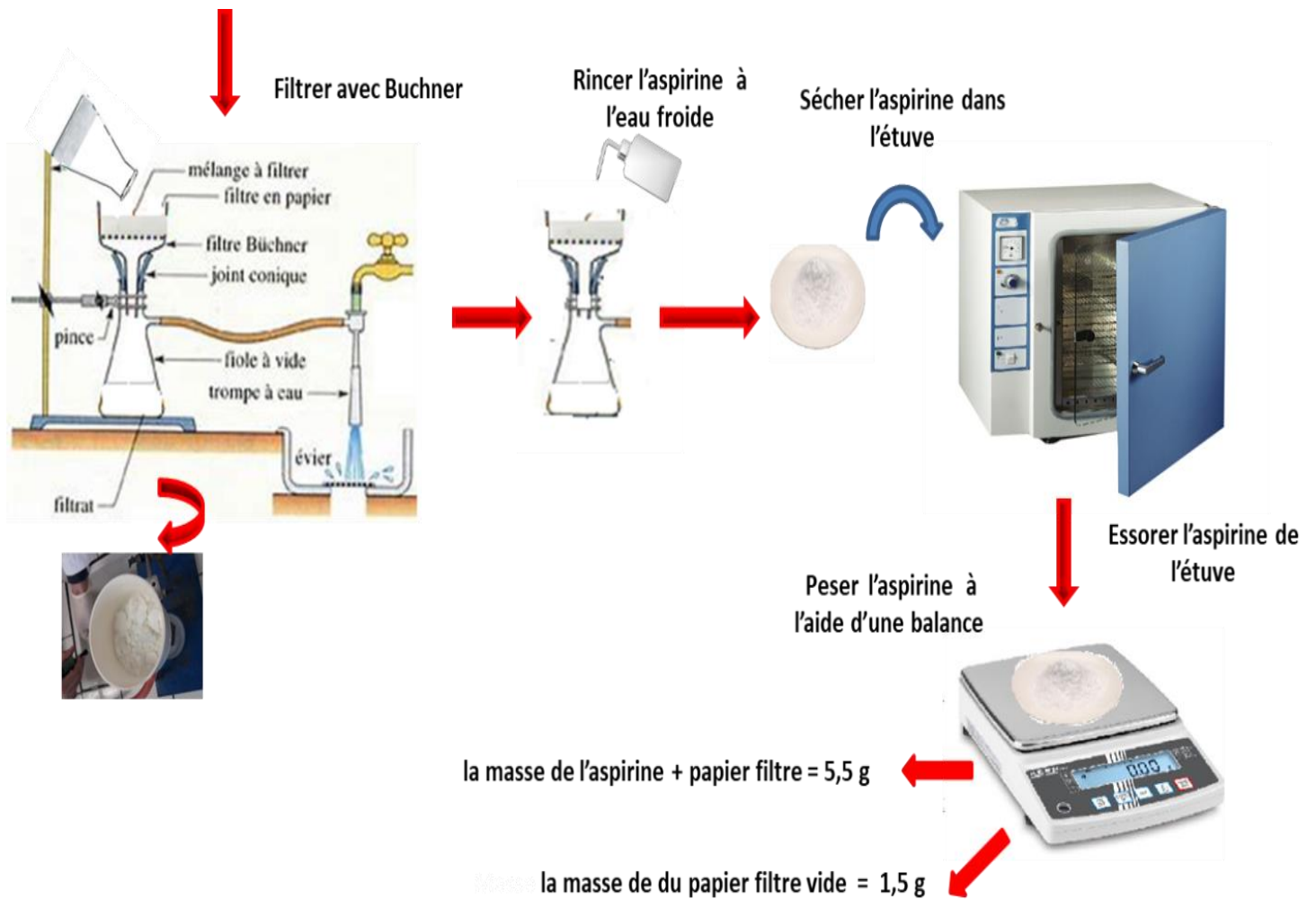
Materials	Produits
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Erlenmeyer (100 mL)</li> <li>▪ Bain-marie</li> <li>▪ Filtre Büchner</li> <li>▪ Papier filtre</li> <li>▪ Étuve</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Acide salicylique</li> <li>▪ Anhydride acétique</li> <li>▪ Acide sulfurique concentré</li> <li>▪ Éthanol</li> <li>▪ Eau glacée</li> <li>▪ Eau chaude</li> </ul>

#### V. Mode opératoire

- Introduire dans un erlenmeyer de 250 ml (bien sec) 3g d'acide salicylique sec 7 ml (ou 7,5g) d'anhydride acétique mesuré à l'éprouvette graduée.
- Ajouter 3 gouttes d'acide sulfurique concentré, sous agitation
- Maintenir le mélange (50-60°C), pendant (au moins) 20min, un solide apparaît et le produit s'épaissit très vite.
- Laisser refroidir à température ambiante
- Ajouter 50 ml d'eau glacé, agiter le mélange puis refroidir dans un bain d'eau glacée.
- Filtrer sur Büchner, Essorer puis laver abondamment à l'eau glacée, sécher sur papier filtre puis porté à l'étuve.

##### a. Schéma détaillé du mode opératoire

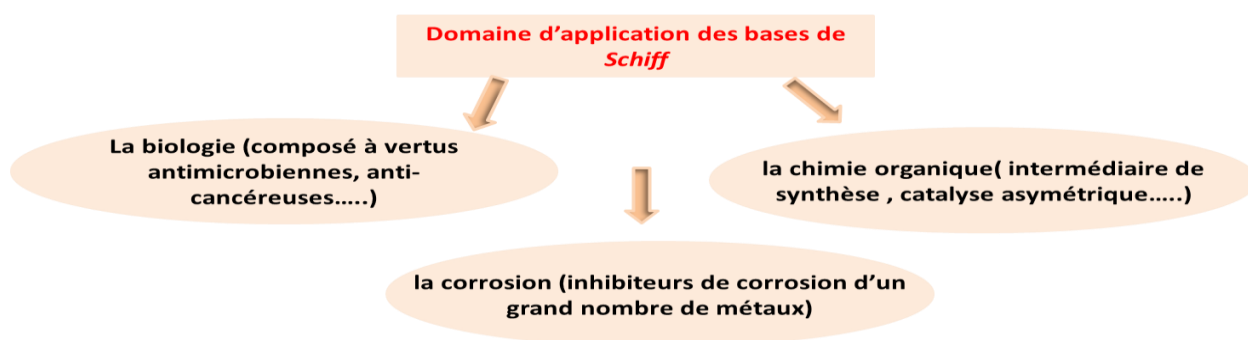




## TP04. Synthèse de base de Schiff

### I. Introduction

Les bases de Schiff, initialement préparées par H. Schiff en 1864, sont des composés renfermant une fonction imine, s'obtiennent par condensation d'une amine sur un composé carbonyle (aldéhyde ou cétone)



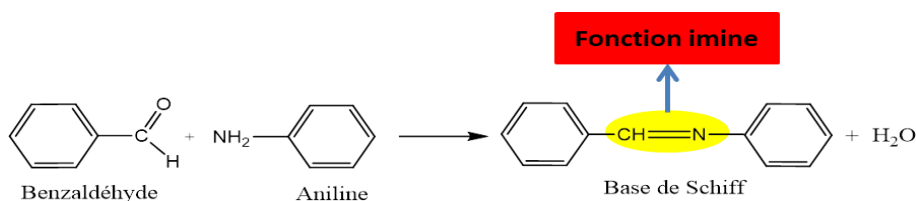
### II. But

Synthèse d'une imine appelée aussi base de Schiff.

### III. Principe

Les amines aromatiques se condensent généralement avec les aldéhydes ou les cétones pour donner des imines (appelée aussi base de Schiff).

Notre imine est préparée par condensation du benzaldéhyde avec l'aniline, le mélange de l'aniline et le benzaldéhyde anhydres donne un précipité de N-phényl phényliméthanimine, selon la réaction suivante.





#### IV. Produits et matériels utilisés

Matériels	Produits
<ul style="list-style-type: none"><li>▪ Erlenmeyer (100 ml)</li><li>▪ Bain-marie</li><li>▪ Agitateur magnétique avec chauffage</li><li>▪ Barreaux magnétiques</li><li>▪ Papier filtre</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>▪ Benzaldéhyde</li><li>▪ Aniline</li><li>▪ Éthanol</li><li>▪ Eau glacée</li><li>▪ Eau chaude</li></ul>

#### V. Mode opératoire

##### a. Les étapes du Mode opératoire

- Prélever sous la haute, à l'aide d'une éprouvette, le benzaldéhyde et l'aniline en quantité équimolaires (0,05 mole).
- Introduire dans un erlenmeyer de 100mL.
- Chauffer légèrement dans un bain-marie 3 à 10 mn, en agitant.
- Refroidir la solution dans un bain de glace.
- Filtrer le mélange (le filtrât et le produit brute sont de couleur jaunâtre).
- Laver le produit brut avec 5 ml d'éthanol, préalablement refroidi.

##### b. recristallisation

Une recristallisation consiste à purifier un produit brut obtenu lors d'une synthèse. Pour cela, il faut trouver un solvant dans lequel ce produit pourra cristalliser seul et où des impuretés seront solubilisées : le solide ne devra donc pas être soluble à froid dans le solvant choisi, alors que les impuretés devront l'être pour être éliminées avec le solvant. Cette opération commence par une mise à ébullition du solvant (ou du mélange de solvants) choisi avec le produit à purifier, et se termine par une filtration à froid, ou à chaud puis à froid, selon les cas.

##### b.1. Choix du bon solvant de recristallisation

Le choix du solvant est primordial pour réussir la recristallisation. Le composé à purifier doit insoluble à froid et soluble à chaud dans le solvant. Lorsque la solubilité à chaud est 5 fois supérieure à celle à froid, le solvant est correct. On peut pour cela, utiliser des couples de solvants miscibles dont la solubilité du composé est différente dans chacun des solvants.



Comme toute étape de purification, cette opération engendre des pertes. Le choix d'un solvant adéquat permettra de limiter au maximum ces pertes.

Le solvant de recristallisation doit également:

- ne pas réagir avec le produit à purifier
- ne pas dissoudre les impuretés à chaud et à froid
- avoir un point d'ébullition le plus bas possible être le moins toxique possible

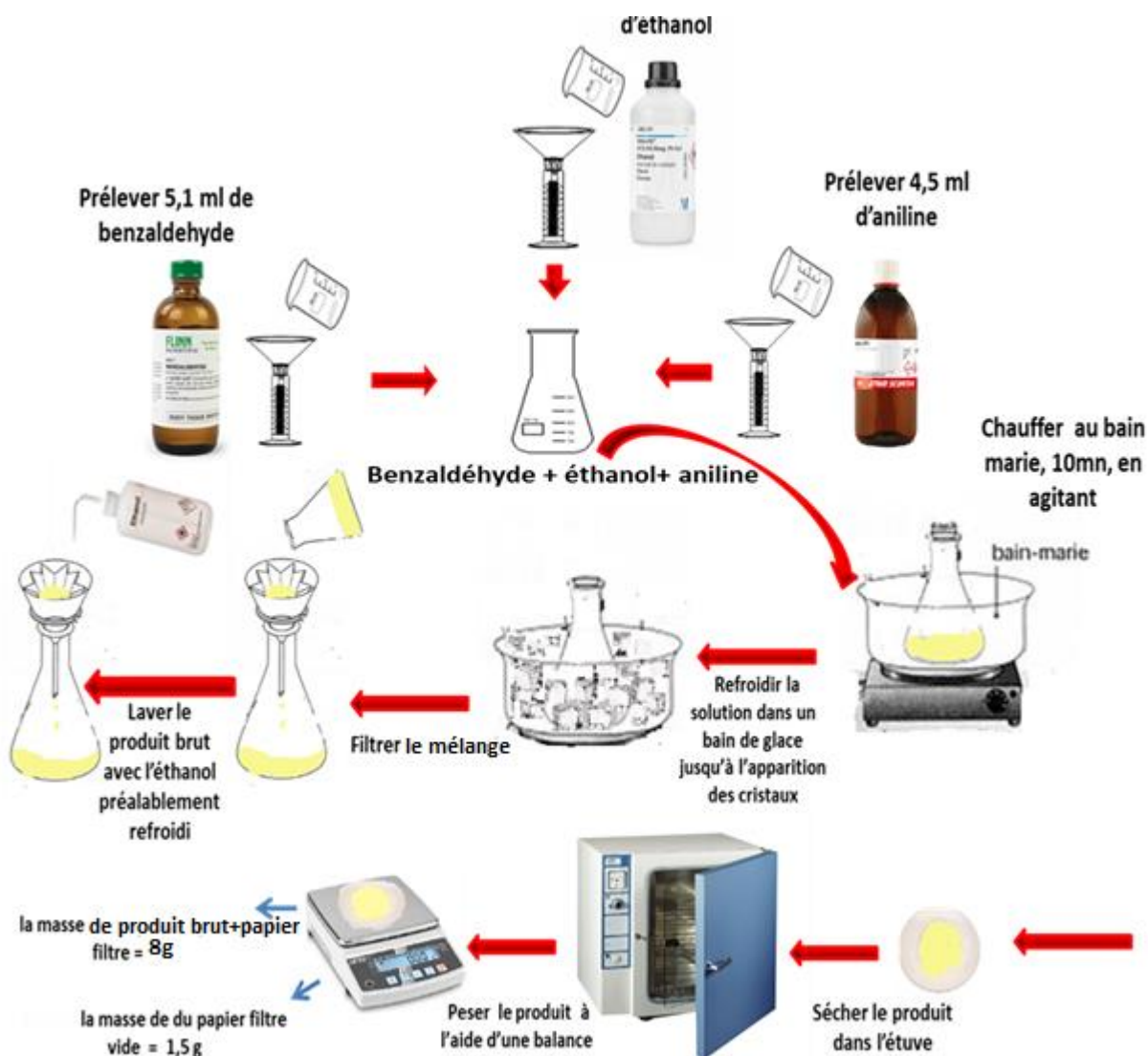
### **b.2 Les étapes à suivre lors d'une recristallisation**

- 1- Placer le solide dans un erlenmeyer sec, introduire du solvant –froid- de façon à recouvrir à peine le solide.
- 2- Porter le mélange à l'ébullition (Chauffer sur une plaque chauffante), le solide doit être entièrement dissous.
- 3- Laisser refroidir à l'air (température ambiante) quelques minutes. Des cristaux – souvent magnifiques- de solide purifié apparaissent progressivement...
- 4- Faire refroidir ensuite dans un bain de glace pour achever de cristalliser le produit à purifier.
- 5- Essorer sur Büchner (on utilisera le filtrat pour laver le solide ou un peu de solvant refroidi).



## b. Schéma détaillé du mode opératoire

### Etape 1



## Etape 2 : Recristallisation

