

UNIVERSITE DE YAOUNDE I
FACULTE DES SCIENCES

THE UNIVERSITY OF YAOUNDE I
FACULTY OF SCIENCE



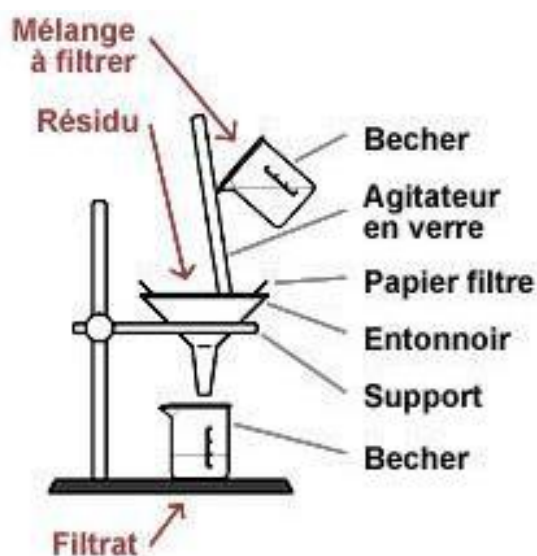
DEPARTEMENT DE CHIMIE ORGANIQUE
DEPARTMENT OF ORGANIC CHEMISTRY



UE CHM 25 I ET UE CHM 23 I

TRAVAUX PRATIQUES DE CHIMIE ORGANIQUE ET INORGANIQUE : PARTIE CHIMIE ORGANIQUE

GUIDE DE LABORATOIRE



RESPONSABLES :

FILIERE CHIMIE (CHM 23 I)

Pr. FOTSO W. G. et Dr. NONO NONO E. C.

FILIERE BIOSCIENCES (CHM 25 I)

Pr. TABOBDA T. T. et Pr. ZONDEGOUNBA E.

Année académique 2023-2024

Table des matières

Table des matières

PROGRAMME DES SEANCES DE TRAVAUX PRATIQUES DES UE CHM 251 ET UE CHM 231	4
AVANT PROPOS.....	5
INTRODUCTION GÉNÉRALE.....	6
GENERALITES SUR LA CHIMIE ORGANIQUE EXPERIMENTALE	7
1. Qualités d'un bon chimiste	7
2. Sécurité au laboratoire	7
3. Matériel de laboratoire	8
4. Techniques de laboratoire et méthodes de séparation	11
5. Détermination des constantes physiques	15
6. Travaux écrits	16
7. Calcul du rendement et du taux de transformation	16
8. Consignes générales pour un compte-rendu	16
GÉNÉRALITÉS ET RAPPELS	19
Introduction	19
2. Séparation et purification des produits	20
3. Calcul du rendement d'une réaction	23
MANIPULATION N° 1 : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE.....	25
Introduction	25
1. Thèmes des exposés	25
2. Travail à faire	25
3. Critères d'évaluation du mémoire	25
MANIPULATION N° 2 : PRESENTATION DU DOCUMENT SCIENTIFIQUE SOUS FORME DE POSTER	27
Introduction	27
1. Réalisation d'un poster	27
1.2. Définir les grains d'information	28
1.3. Astuces pour la rédaction du texte	28
2. Présentation d'un poster	28
3. Logiciel utilisé pour réaliser un poster ?	29
4. Le Power Point	29
4.1. Vocabulaire lié à Power Point.....	29
5. Réalisation d'un poster sur Power Point.....	29
6. Références	29
7. Travail à faire	29
8. Critères d'évaluation du poster	30
MANIPULATION N° 3 : SYNTHÈSE ET PURIFICATION DE L'ASPIRINE.....	31
Introduction	31
1. Synthèse de l'aspirine	31
2. Purification de l'aspirine brute obtenue par recristallisation	34
3. Vérification de la pureté de l'aspirine obtenue	34
4. Test au chlorure ferrique	34
MANIPULATION N° 4 : LA SYNTHÈSE DU PARACETAMOL	35
Introduction	35
1. But	35
2. Préparation	35

2.2. Protocole expérimental	36
3. Recristallisation	36
4. Chromatographie	36
MANIPULATION N° 5 : LA SYNTHÈSE DU SAVON	37
Introduction	37
1. Catégories de corps gras utilisés en savonnerie	37
2. Indices utilisés en savonnerie	38
3. Lessive	38
4. Eau	40
5. Mode opératoire de la synthèse du savon	41
MANIPULATION N° 6 : OXYDATION DU MENTHOL EN MENTHONE	43
Introduction	43
1. Propriétés du menthol et de la menthone	43
2. Mode opératoire	43
MANIPULATION N° 7: EXTRACTION DE L'EUGENOL DU CLOU DE GIROFLE	45
Introduction	45
2.Principe de l'hydrodistillation	46
3. Protocole expérimental	47

PROGRAMME DES SEANCES DE TRAVAUX PRATIQUES DES UE CHM 251 ET UE CHM 231

Filières et niveaux concernés par ces unités d'enseignement : BIOS II (CHM 251) et CHM II (CHM 231).

Salles réservées pour les travaux pratiques : S 239, S 246 et S 248.

Volume horaire hebdomadaire par groupe : 3 heures.

1. Généralités et distribution des thèmes des exposés
2. Présentation du document scientifique sous forme de Poster
3. Synthèse de l'aspirine
4. Synthèse du paracétamol
5. Synthèse du savon
6. Oxydation du menthol en menthone
7. Extraction de l'eugénol du clou de girofle
8. Exposés sur les thèmes
9. Rattrapages

- Les manipulations ont lieu toutes les semaines pour la filière Bioscience (BIOS) et une semaine sur deux pour la filière Chimie (CHM).
- Les séances de travaux pratiques de chimie organique pour les étudiants de la filière Chimie se font en alternance avec celles de chimie inorganique.
- Les évaluations des travaux pratiques de chimie organique seront présentées sur une échelle de 15 pour la filière Chimie et de 20 pour la filière Biosciences.

Avis aux enseignants et aux étudiants

- Chaque séance de travaux pratiques est notée sur 30 points (12 points pour le devoir qui se fait avant la manipulation et 18 points pour le compte rendu).
- L'exposé est noté sur 30 points (20 points pour le mémoire produit par les différents groupes d'étudiants et 10 points pour l'exposé devant les membres de tous les groupes).
- Le poster sera noté sur 30 points

AVANT PROPOS

Ce cycle de manipulations entre dans la continuité de la partie organique des travaux pratiques de première année. Conçus dans le souci d'approfondir les connaissances acquises lors des cours magistraux, les travaux pratiques de chimie organique renforcent entre autres, les techniques de base du laboratoire (filtration, purification, chromatographie sur couche mince, chauffage, refroidissement, ...). Par la suite, les étudiants seront amenés à réaliser plusieurs transformations permettant de passer d'une fonction organique à une autre dont le but est de joindre la théorie à la pratique.

Dans la continuité du travail en groupe initié en première année, les étudiants qui participent aux UE CHM 251 et CHM 231 devront faire des travaux de recherche sur les propriétés pharmacologiques de quelques familles de composés organiques, présenter les résultats de leur travail bibliographique sous formes orale et de Poster. Plusieurs transformations chimiques mettant en jeu les réactions d'estérification ou d'oxydation y seront examinées. Pour chaque transformation chimique, les caractéristiques physicochimiques, aussi bien des réactifs que des produits, seront présentées, ainsi que les consignes de sécurité liées à leurs utilisations.

L'étudiant devra bien assimiler les parties théorique et pratique de la manipulation du jour ainsi que les généralités et les consignes de sécurité liées à cette manipulation. Ceci permet d'éviter des éventuelles erreurs au cours de la manipulation mais aussi les accidents qui peuvent avoir des conséquences beaucoup plus graves (blessures, casse, brûlures, ...). Les étudiants qui n'auront pas préparé la manipulation du jour (le cahier de préparation est obligatoire) ne seront pas autorisés à entrer en salle de travaux pratiques.

Nous tenons à remercier tous les collègues qui ont participé à l'élaboration de ce manuel.

Les Auteurs

INTRODUCTION GÉNÉRALE

La chimie organique est une science expérimentale comportant les cours magistraux et les travaux dirigés qui sont complétés par le travail de laboratoire dont le but est de permettre au nouveau chimiste de se familiariser avec le matériel et les techniques de base d'un laboratoire.

La durée des manipulations étant assez courte, il est important que l'étudiant prépare à l'avance chaque manipulation. Ce qui signifie qu'avant chaque séance, il doit bien lire et comprendre les chapitres et cours relatifs à l'expérience du jour ainsi que les textes s'y rapportant. Il doit donc connaître exactement le but, le matériel à utiliser et le mode opératoire.

Le chimiste débutant doit également posséder un maximum de renseignements annexes concernant la manipulation du jour.

- la sécurité relative aux produits chimiques, à la réaction chimique et aux traitements de mélanges réactionnels.
- Les constantes physiques (point de fusion, point d'ébullition, constante azéotropiques, solubilité, ...).

À cause de l'évolution rapide de la science, il est fortement déconseillé aux étudiants d'utiliser les anciens rapports de travaux pratiques comme modèle de compte-rendu de manipulation car les notions adoptées demandent d'amples explications d'une année à une autre.

Au début de chaque séance de travaux pratiques (T.P.), une interrogation écrite de 15 à 20 minutes sera faite et notée sur 12 points. Cette note fera partie de celle de la manipulation du jour. L'interrogation portera sur la sécurité au laboratoire, les techniques de laboratoire, le matériel de laboratoire ainsi que sur la manipulation du jour et les manipulations précédentes.

Le rapport ou le compte rendu de la manipulation noté sur 18 points devra être remis à l'enseignant responsable du groupe dans les délais fixés par celui-ci.

L'étudiant qui éprouve les difficultés à réaliser ces manipulations devra informer son enseignant à temps.

Nous serons moralement satisfaits lorsque vous saurez raisonnablement joindre la pratique à la théorie.

GENERALITES SUR LA CHIMIE ORGANIQUE EXPERIMENTALE

1. Qualités d'un bon chimiste

Quel que soit le type d'activité de laboratoire dans lequel il exerce, l'étudiant doit dans un laboratoire de chimie organique posséder les qualités suivantes :

- l'ordre
- la propreté
- la précision
- le calme
- la rigueur
- le bon sens

Certaines de ces qualités sont innées ; d'autres sont acquises par l'apprentissage et l'expérience.

L'ordre, la propreté et le calme sont des facteurs déterminants de la sécurité et du rendement car un chimiste est appelé à manipuler les produits plus ou moins dangereux (corrosifs, explosifs, toxiques, ...).

2. Sécurité au laboratoire

L'exécution des travaux dans un laboratoire peut être à l'origine d'accidents ou d'intoxications graves dont les effets sont immédiats ou insidieux ; c'est pourquoi, l'étudiant doit respecter certaines précautions.

2.1. Prévention

Pour prévenir les accidents au laboratoire, il est indispensable d'avoir une bonne connaissance du travail à effectuer. Il faut donc :

- travailler de façon calme et appliquée ;
- porter une blouse en tissu de coton résistant et assez facile à ôter ;
- porter des lunettes de sécurité en permanence, des gants et des chaussures recouvrant entièrement les pieds ;
- éviter de goûter ou d'inhaler un produit chimique ou respirer ses vapeurs ;
- manipuler sous la hotte ;
- éviter de préparer, de consommer ou de conserver dans le laboratoire des aliments ou des boissons car ceux-ci peuvent être contaminés.

2.2. Intervention

Malgré le respect des mesures préventives, il peut arriver que les produits soient renversés ou projetés sur des personnes. Les risques d'incendie, d'explosion ou d'intoxication peuvent augmenter selon la nature de ces produits.

2.2.1. Dans le cas du renversement des produits

Le comportement à adopter dépend de la nature et de la concentration du produit qui s'est répandu au sol ou sur la paille.

- Si le produit renversé est peu toxique ou peu volatil, on peut le nettoyer en employant le papier filtre.

- Si le produit renversé est un acide, il convient de le neutraliser avec du phosphate de sodium ou avec une solution d'hydrogénocarbonate de sodium.
- Si la substance répandue est volatile, inflammable ou toxique et d'une quantité importante, il faut couper le courant des appareils électriques et quitter le laboratoire.

2.2.2. Dans le cas de la projection d'un produit sur une personne

Lorsqu'un produit chimique se répand sur une personne, le comportement à adopter dépend de la partie du corps en contact avec le produit ainsi que de la nature et de la concentration de ce produit.

- Lorsque les projections d'une substance atteignent une personne sur une **grandepartie de son corps**, il faut immédiatement utiliser la douche de sécurité et retirer aussitôt les vêtements contaminés ; ne jamais se servir des neutralisants chimiques, d'onguents, de crèmes ou de lotion et consulter un médecin dans les plus brefs délais.
- Dans le cas des projections dans les **yeux**, il est impératif avant de consulter un ophtalmologue de laver l'œil avec de l'eau pendant au moins 15 minutes, que le produit reçu soit acide ou basique.
- Si le produit est un acide, il faut, après avoir lavé abondamment à l'eau, laver ensuite l'œil avec une solution diluée à 1% de bicarbonate de sodium.
- Si le produit est une base, il faut, après avoir lavé abondamment à l'eau, laver l'œil avec une solution d'acide borique à 1%.

2.3. Incendies et explosions

Pour minimiser les risques d'incendies dans un laboratoire de chimie organique, il faut respecter les règles suivantes :

- Eviter de chauffer à la flamme des liquides organiques si le récipient n'est pas muni d'un réfrigérant. Pendant une distillation, s'assurer que tous les joints sont étanches et que le milieu contient la pierre ponce.
- Eviter d'ajouter de la pierre ponce dans un liquide chaud ; ceci provoquerait une ébullition brutale, une projection de liquide et/ou souvent un incendie.
- En cas de feu sur la paillasse, utiliser l'extincteur à CO₂ le plus proche et attaquer la flamme par la base.
- En cas d'incendie de quelque degré que ce soit sur une personne, utiliser la couverture et/ou les extincteurs et consulter un médecin à moins que la blessure soit bénigne.
- Les substances telles que l'acétylure de métaux lourds, le nitrate de polyalcools, les composés polynitrés, les peroxydes organiques, ..., présentent des risques d'explosions en raison de leur sensibilité à la chaleur, à la friction, aux chocs, aux étincelles et à la lumière.

3. Matériel de laboratoire

Pour plus d'efficacité dans un laboratoire de chimie organique, la connaissance du matériel disponible et des matériaux est indispensable. Le nom en anglais de chaque matériel est entre parenthèses, juste après le nom en français.



Thermomètre



Fiole jaugée



Eprouvette



Erlenmeyer



Potence



Sceau



Fiole à vide



Noix



Creuset



Büchner



Agitateur magnétique



Pissette



Papier pH



Réfrigérant droit



Bécher



Balance



Entonnoir



Poire



Chronomètre



Pince pour ballon



Pince à trois doigts



Pince



Compte-goutte



Anneau



Portoir



Lampe UV



Banc de Kofler



Cristallisoir



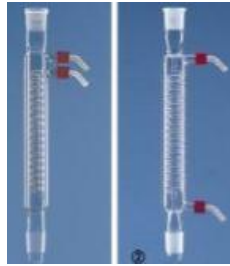
Spatules



Bec de Bensen



Chauffe ballon



Réfrigérant à serpent



Mortier et pilon



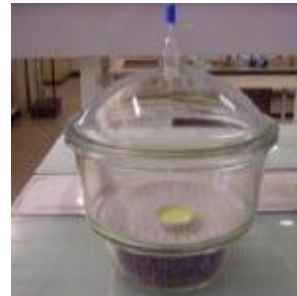
Verre à pied



Tubes à essai



Ballons



Dessiccateur



Valet



Joint conique



Lunettes



Tube de Thièle



Réfrigérant type Liebig



Trompe à eau



Soxhlet



Chariot de laboratoire



Gants

- **Erlenmeyer** (conical flask) : récipient conique en verre et à fond plat utilisé pour prélever les solutions.
- **Compte-goutte** (Dropper) : petite bouteille munie d'une pipette dont l'extrémité porte une poire permettant de verser des petites quantités de solution.
- **Bécher** (Beaker) : récipient en verre ou en plastique de forme cylindrique à usage multiple (chauffage, agitation, etc.).
- **Ballon** (Round bottom flask): récipient rond en verre ayant un ou plusieurs cols rodés ou non.
- **Agitateur magnétique** (Separatory stirrer) : appareil électrique capable de d'homogénéiser les milieux liquides ou les suspensions de solides dans un liquide.
- **Ampoule à décanter** (Separatory funnel) : ballon spécial muni de deux tubulures dont l'une est un robinet et l'autre porte un bouchon.
- **Banc de Kofler** (Kofler hot stage) : appareil servant à déterminer les points de fusion des solides cristallisés.
- **Chauffe Ballon** (Heating mantle) : appareil utilisé pour chauffer le ballon.

- **Cuve chromatographique** (Chromatographic tank) : récipient en verre de forme parallélépipédique muni d'un couvercle. Cette cuve est utilisée pour développer les plaques en chromatographie sur couche mince.
- **Dessiccateur** (Dessicator) : récipient en verre possédant un couvercle et utilisé pour sécher les composés solides. Très souvent le couvercle est muni d'un robinet par lequel l'air contenu dans le dessiccateur est évacué laissant place au vide.
- **Éprouvette graduée** (Measuring cylinder) : récipient cylindrique en verre ou en plastique gradué servant à la mesure des volumes.
- **Extincteur** (Fire extinguisher) : appareil capable de produire du gaz carbonique par réaction d'un acide (HCl) sur le carbonate de calcium (CaCO₃). Il est très efficace dans l'arrêt des incendies.
- **Fiole jaugée** (Graduated flask) : fiole de volume exact ou connu.
- **Lampe U.V.** (U.V. Lamp) : lampe capable d'émettre un rayonnement ultra-violet de longueur d'onde 254 nm ou 365 nm, utile dans les visualisations des composés blancs sous la plaque chromatographique en chromatographie sur couche mince.
- **Noix** (Clamp) : pièce de métal ou en plastique utilisée pour fixer les pinces sous les supports.
- **Pinces** (Pinccers) : pièce de fixation en fer ou en bois employée dans le maintien en position des éléments d'un montage ou d'une expérience.
- **Pissettes** (Wash bottle) : petit récipient en plastique muni d'un siphon permettant l'usage des petites quantités de liquides.
- **Plaque chauffantes** (Hot stage) : appareil électrique muni d'un plateau chauffant.
- **Poire** (Sprayer) : instrument rond en caoutchouc adapté pour aspirer les liquides à travers une pipette.

4. Techniques de laboratoire et méthodes de séparation

Les techniques de laboratoire sont les différentes opérations utilisées dans un laboratoire pour atteindre le but visé.

4.1. Chauffage et refroidissement

La grande partie des opérations de synthèse organique nécessite l'usage d'un moyen de chauffage ou de refroidissement dans le but d'obtenir une température différente de celle du laboratoire, d'accélérer le retour à une température ambiante ou de maintenir la température d'un système endothermique ou exothermique dans un intervalle bien déterminé.

4.1.1. Chauffage

La combustion du gaz est la plus ancienne des sources de chaleur. Bien qu'encore utilisée, son importance diminue au profit de l'échauffement de résistance électrique par effet joule. Les avantages des appareils électriques sont :

- faible risque d'accidents s'ils sont bien entretenus ;
- large éventail d'utilisations quel que soit l'emplacement et la géométrie de l'appareil ;
- intensité du chauffage aisément réglable ;
- adjonction éventuelle d'autres fonctions telles que l'agitation, la circulation de fluides, le refroidissement,...

Il existe deux modes de chauffage quel que soit la source d'énergie utilisée.

➤ **Le chauffage direct**

Dans le chauffage direct, la source de la chaleur (flamme d'un brûleur ou résistance électrique) est à proximité ou au contact de l'ensemble à chauffer. Les appareils utilisés dans un chauffage direct sont : les becs à gaz, les becs électriques, les plaques électriques chauffantes, les enveloppes chauffantes (chauffes ballons, rubans chauffants et chauffe réacteur).

➤ **Le chauffage indirect**

Dans le chauffage indirect, la source de chaleur est éloignée de l'appareil à chauffer. L'énergie calorifique est transmise ici par un corps intermédiaire gazeux, liquide ou solide. Les dispositifs généralement utilisés pour ce mode de chauffage sont :

✓ **Les bains de liquides**

Dans les bains de liquides, la nature du liquide colporteur dépend de la température désirée. Ainsi, pour des températures :

- de 100 °C, on utilise un bain-marie
- d'environ 200 °C, on utilise des bains d'huiles.

N.B.: Les huiles de silicones sont les plus propres, les plus stables et les moins dangereuses.

✓ **Les bains de sable**

Les bains de sable permettent de chauffer en toute sécurité jusqu'à 350°C environ. Ils sont plus propres que les bains d'huiles et ne sont pas inflammables.

✓ **Les bains de vapeurs**

Les bains de vapeurs nécessitent l'utilisation des étuves et des armoires chauffantes (qui sont des enceintes dans lesquelles le chauffage est assuré par l'air). Ce type de chauffage est souvent utilisé pour le séchage de la verrerie.

4.1.2. Refroidissement

Le refroidissement d'un appareil, d'un récipient ou d'une enceinte donnée nécessite plusieurs méthodes :

- immersion de l'appareil dans un corps réfrigérant ;
- circulation de fluide réfrigérant ;
- projection de fluides réfrigérant contre les parois de l'appareil ;
- utilisation de l'air ambiant du laboratoire quoique son pouvoir réfrigérant soit froid ;
- utilisation de l'eau courante dont le pouvoir réfrigérant est supérieur à celui de l'air. Elle est employée essentiellement dans les réfrigérants.

On utilise aussi un mélange de glace et d'une autre substance pour obtenir une température de refroidissement souhaitée. Ainsi, pour avoir une température :

- ✓ de 0 °C, on utilise le mélange glace broyée + H₂O.
- ✓ de -20 °C, on utilise le mélange glace broyée + NaCl.
- ✓ de -50 °C, on utilise le mélange glace broyée + CaCl₂.

L'utilisation de la carboglace (dioxyde de carbone commercialisé : CO₂) sous forme de bain de glace est commode. On obtient des températures très basses de l'ordre de -80°C en mélangeant la carboglace à un solvant organique (acétone ou éthanol par exemple). Ce

mélange permet aussi de protéger une pompe à vide par condensation totale des vapeurs issus d'un appareil.

L'utilisation de l'air et de l'azote liquides permet d'obtenir des températures très basses de l'ordre de -180°C .

4.2. Séparation des solides et des liquides

Il existe plusieurs méthodes de séparation des solides et des liquides.

4.2.1. Filtration

La filtration est une opération qui consiste à séparer les particules qui se trouvent dans un liquide. La masse à filtrer est versée sur un filtre qui laisse passer le liquide, mais retient les matières solides. Le liquide recueilli est appelé **filtrat**. On distingue deux (02) types de filtration :

- **La filtration ordinaire ou par gravité ou filtration simple** : on opère avec un entonnoir ordinaire dans lequel on dispose un papier filtre ou une laine de verre
- **La filtration sous-vide** : on utilise ici Büchner équipé d'un papier filtre coupé en rondelle et d'une fiole à vide. Le vide est obtenu à l'aide d'une pompe à vide ou une trompe à eau.

4.2.2. Le siphonage

Le siphonage est une technique qui permet d'éliminer un liquide au-dessus d'une phase solide. Il est conseillé d'utiliser un siphon en tube capillaire pour des petites quantités.

4.2.3. Centrifugation

La centrifugation est un moyen plus commode pour séparer un solide d'un liquide. Les pertes de substances sont très minimisées. On utilise ici une centrifugeuse de laboratoire pouvant atteindre 2 000 à 3 000 tr/min. Les particules en suspension dans le liquide sont projetées contre le fond du tube de centrifugation et fortement tassées. Pour éviter l'endommagement de l'appareil, il est nécessaire de bien équilibrer les différents tubes avant de centrifuger. Après la manipulation, le liquide surnageant est décanté ou siphonné.

4.3. Séparation liquide-liquide

Il existe plusieurs méthodes de séparation des mélanges de liquides.

4.3.1. Décantation

La décantation est un procédé permettant la séparation de deux phases liquides non-miscibles de densités différentes. L'une des phases peut être aqueuse et l'autre organique. En général, on utilise l'ampoule à décanter. On y introduit le mélange de liquides, le robinet étant fermé. Après avoir laissé assez de temps pour une séparation nette des deux phases, on enlève le bouchon de l'ampoule puis on ouvre le robinet afin que la couche inférieure coule jusqu'à la surface de séparation.

4.3.2. Distillation

La distillation est la principale méthode de séparation des constituants liquides miscibles. L'opération consiste à vaporiser le mélange puis à condenser les vapeurs en recueillant le distillat par fractions. On distingue en pratique trois types de distillation : la distillation simple, la distillation fractionnée et la distillation sous pression réduite.

➤ **Distillation simple**

Une distillation est dite simple lorsque l'appareil est monté sans colonne à distiller et sans analyseur. Cette méthode est utilisée pour séparer correctement des composés dont l'écart entre les points d'ébullition est supérieur à 100°C. On utilise la distillation simple dans le cas de la déminéralisation de l'eau.

➤ **Distillation fractionnée ou rectification**

Une distillation est dite fractionnée lorsque l'appareil est monté sur une colonne à distiller surmontée ou non d'un analyseur. La distillation fractionnée ou rectification est utilisée dans la purification d'un composé, dans l'isolement des constituants d'un mélange et dans le déplacement de l'équilibre d'une réaction chimique par l'élimination d'un produit réactionnel.

➤ **Distillation sous-pression réduite**

La distillation sous pression réduite est une méthode de distillation qui permet d'obtenir des composés sans atteindre leurs températures d'ébullition à la pression atmosphérique. Elle permet également la distillation des composés instables à la pression atmosphérique soit parce qu'ils se dégradent thermiquement, soit parce qu'ils s'oxydent à l'air.

4.3.3. Extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide permet de faire passer une substance d'un solvant souvent difficile à séparer à un autre dont elle sera facilement isolable. C'est une opération généralement réalisée par agitation à condition que les deux solvants soient très peu ou pas miscibles entre eux. Plus la substance à extraire est facilement soluble dans le solvant d'extraction que le solvant d'origine, plus l'extraction est efficace.

4.3.4. Lavage d'une phase organique

Les solutions de composés organiques (liquides organiques) sont généralement des mélanges de composés qu'on peut séparer. L'opération consistant à les séparer avec de l'eau ou avec une solution aqueuse, neutre, acide ou alcaline est appelée lavage de la phase organique.

4.4. Séchage

Sécher un composé organique consiste à éliminer l'eau avec laquelle il est mélangé. Dans le cas d'un composé cristallisé, le séchage peut être aussi l'élimination d'un solvant organique.

➤ **Séchage des liquides**

Lorsqu'un liquide organique contient un peu d'eau, on peut l'éliminer en utilisant des produits inorganiques capables de fixer des molécules d'eau et de former les produits stables ; ce sont les desséchants.

En général, on les utilise à l'état anhydre. Pour une bonne efficacité un desséchant ne doit ni réagir avec le composé à sécher, ni le dissoudre, ni donner lieu à l'équilibre avec l'eau. Les agents desséchants employés le plus souvent au laboratoire sont :

- ✓ le chlorure de calcium anhydre (CaCl_2)
- ✓ le sulfate de sodium anhydre (Na_2SO_4)

- ✓ le sulfate de calcium anhydre (CaSO_4)
- ✓ le sulfate de magnésium anhydre (MgSO_4)

Après séchage, le desséchant est généralement éliminé par filtration. Cette méthode a l'inconvénient d'entraîner une perte de produit organique par retenue sur le papier filtre et dans la masse cristalline du desséchant.

➤ Séchage des solides

L'utilisation du papier filtre pour essorage est suffisant dans certains cas, par faute de temps. On peut utiliser l'étuve à une température qui n'abîme pas le produit. Le dessiccateur est l'instrument de séchage par excellence quand on y fait le vide en présence d'un desséchant fort comme P_2O_5 ou Na_2SO_4 concentré. La soude (NaOH) et la potasse (KOH) sont souvent utilisées pour sécher les solides.

5. Détermination des constantes physiques

5.1. Détermination du point de fusion

Le point de fusion, qui est un critère de pureté, est pris sur un produit cristallisé. Il est aberrant de déterminer le point de fusion d'un corps fondu pris en masse (précipité). En effet, le point de fusion mesure en quelque sorte la valeur de l'énergie appropriée au système cristallisé pour rompre les liaisons intermoléculaires qui le maintiennent. Or, un système amorphe ne présente pas les mêmes liaisons et ne demandera par conséquent pas le même apport en énergie pour fondre.

Il existe plusieurs sortes d'appareils permettant de mesurer un point de fusion. Nous ne décrirons que les plus fréquemment utilisés.

La détermination rapide du point avec une bonne précision peut se faire à l'aide du banc chauffant appelé banc de Kofler. Cet appareil est essentiellement formé d'un bloc de métal chromé de 40 millimètres de largeur et de 400 millimètres de longueur, chauffé électroniquement sur une surface à l'une de ses extrémités.

La température atteint $250\text{ }^\circ\text{C}$ à l'une des extrémités et descend graduellement à environ 50° à l'autre extrémité. L'appareil porte une échelle de température ; un cavalier à coulisse permet de repérer la face supérieure du bloc ; il suffit de quelques instants pour trouver la limite de température entre l'état solide et l'état fondu du produit ; il est nécessaire d'étalonner l'échelle avant et après chaque détermination avec une substance de point de fusion connu. La détermination du point de fusion et le contrôle de la température ne nécessitent que 1 ou 2 minutes.

Les points de fusion des acides benzoïques et salicyliques recristallisés sont déterminés avec précision ($0,5^\circ\text{C}$) sur le banc de Kofler.

5.2. Détermination du point d'ébullition

La connaissance du point d'ébullition des liquides est nécessaire pour les rectifier ou les distiller ; la méthode proposée permettra de déterminer un point d'ébullition en quelques minutes net au degré près.

Une quantité de 1 à 2 cm^3 du composé dont on veut déterminer le point d'ébullition est introduite dans un tube à essai. Le tube est fermé par un bouchon échancré le long d'un générateur (ou à un coup de lime ou deux coups de canif) ; on insère dans le tube à essai un thermomètre dont l'extrémité inférieure est fixée à environ un demi centimètre au-dessus de la surface libre du liquide. On prend le tube dans une pince de bois et on chauffe avec une très petite flamme.

Le liquide commence aussitôt à bouillir, on règle la flamme (ou la distance du tube au-dessus de la flamme) de façon à ce que les vapeurs baignent complètement le réservoir du thermomètre, mais ne tombent pas à plus de 1 cm au-dessus de ce réservoir. Le mercure du thermomètre monte rapidement dès que les vapeurs atteignent le réservoir. Mais, il cesse de monter quand le réservoir baigne entièrement dans ses vapeurs. La température qu'indique le thermomètre correspond au paramètre tant recherché.

L'échancrure du bouchon sert au passage de l'air chassé du tube par les vapeurs. Mais ces vapeurs ne doivent pas passer car le liquide peut être inflammable. Il faut remarquer que la température d'ébullition d'un corps est liée à la pression environnante d'après la relation suivante.

$$\text{Log} \frac{P_1}{P_2} = \frac{H_v}{2.3R} \times \frac{T_2 - T_1}{T_2 \times T_1}$$

Donc une température d'ébullition devra être donnée avec la pression à laquelle elle a été prise.

Ex : point d'ébullition de l'eau = 100 °C à une pression de 760 mm de mercure.

6. Travaux écrits

L'étudiant prenant part au TP de chimie organique doit consigner ses travaux par écrits. Il doit à cet effet :

- Avoir un cahier de compte-rendu dans lequel toutes les manipulations y sont contenues, c'est-à-dire la préparation de l'expérience, le déroulement de l'expérience ou le mode opératoire, les documents annexes et conclusions. On doit aussi trouver dans ce cahier le but, le principe de la manipulation, la liste du matériel et des produits utilisés ainsi que les propriétés physiques et chimiques desdits produits.
- Rédiger après chaque expérience un rapport c'est-à-dire un document considéré comme compte-rendu du travail effectué. Ce rapport rédigé sur une feuille de papier de format A4 devra contenir la date du jour de la manipulation, le titre de la manipulation, le but de l'expérience, le principe, les résultats de l'expérience, la discussion de ces résultats et enfin une conclusion qui doit être claire, précise et concise.

7. Calcul du rendement et du taux de transformation

Le taux de transformation (T) et le rendement (R) sont des grandeurs sans unités de mesures et généralement des pourcentages.

$$T = \frac{\text{Masse de réactif consommé}}{\text{Masse de réactif mise en œuvre}} \times 100 \quad R = \frac{\text{Masse de produit purifié obtenu}}{\text{Masse de produit théoriquement prévisible}} \times 100$$

N.B : La rédaction d'une bonne conclusion est la partie du rapport la plus difficile à assimiler par les nouveaux chimistes car elle nécessite une bonne connaissance de la chimie théorique, de la technologie et des techniques de laboratoire. Toutefois, un peu de réflexion et de bon sens suffisent pour porter un jugement sur des points particuliers de l'expérience et faire quelques suggestions.

8. Consignes générales pour un compte-rendu

Tout travail scientifique est sanctionné par un rapport qui en résume les grandes articulations.

Dans ce travail d'initiation, nous vous présentons ici le modèle selon lequel tout compte-rendu sera effectué. Le compte-rendu se fait en 2 pages au maximum, sur une seule feuille de papier de format A4 et en recto verso.

Noms et prénoms	Date
Filière	
Niveau	
Matricule	
Groupe	Titre de la manipulation
Code UE	
<ol style="list-style-type: none"> 1. But 2. Principe 3. Résultats 4. Discussion 5. Conclusion 	

Le compte-rendu est noté sur 18 points suivant le barème ci-après :

Partie	Nombre de points
But	2 pts
Principe	3 pts
Résultats	4 pts
Discussions	6 pts
Conclusion	2 pts
Présentation générale	1 pt
Total	18 pts

- Dans la partie **BUT**, il faut faire ressortir l'objectif à atteindre par les différentes transformations et les réactifs utilisés.
- Dans la partie **PRINCIPE** (à ne pas confondre avec le mode opératoire), on met en évidence le moyen scientifique utilisé (réaction mise en jeu, phénomène observé) pour atteindre l'objectif visé.
- Dans la partie **RESULTATS**, on met sous forme de tableau les caractéristiques (point d'ébullition, point de fusion, structure, aspect physique) des réactifs utilisés, des produits formés ainsi que des rendements. Si des tests ont été effectués, insérer aussi les résultats dans le tableau.
- Dans la partie **DISCUSSION**, l'étudiant explique par des arguments scientifiques les résultats en se posant la double interrogation :
 - ✓ Est-ce que le produit a été obtenu ? Si oui, ce dernier répond-il aux caractéristiques physiques et en quelle quantité a-t-il été obtenu ?
 - ✓ Si le produit n'a pas été obtenu, dire pourquoi.
- La dernière partie **CONCLUSION**, doit comporter deux points principaux :
 - ✓ Appréciation de la méthode ;

- ✓ Comment améliorer cette méthode (les différentes étapes) ou l'éventualité de changer la méthode.

GÉNÉRALITÉS ET RAPPELS

Introduction

Le carbone est l'élément majeur de la chimie organique encore appelé chimie du carbone. À côté de cet atome on retrouve également l'hydrogène, l'oxygène, l'azote et bien d'autres. De façon générale, un composé organique a pour formule brute $C_xH_yO_zN_t$ où x, y, z et t sont des entiers naturels.

La réaction chimique se produit entre des réactifs sous certaines conditions opératoires (solvants, température, catalyseur...) pour conduire à un système stable. Elle consiste donc en la rupture de certaines liaisons suivie de la formation de nouvelles liaisons, en vue d'aboutir à un arrangement plus stable d'atomes en présence, compte tenu des conditions de la réaction.

Avant de commencer à travailler ou à manipuler, il est nécessaire et impératif de repérer dans la salle de travaux pratiques l'emplacement des hottes et des extincteurs. L'ordre, le calme et le bon sens réduisent considérablement les risques d'accident.

Les principaux accidents survenant au cours d'une manipulation de chimie organique ont pour cause, entre autres, le feu, les projections des substances et les coupures. Il est donc recommandé de suivre les instructions ci-dessous :

- Le port de la blouse blanche en coton est obligatoire ;
- Garder toujours la paillasse propre et bien dégagée ;
- Toute brûlure causée par les acides, les bases ou le brome doit être nettoyée immédiatement avec une grande quantité d'eau ;
- Ne jamais inhaler ou avaler les produits chimiques ;
- Toujours garder les produits chimiques éloignés du visage ;
- Les bouteilles contenant les acides ou les bases concentrés doivent toujours être regardées sous la hotte pendant toute la durée de l'expérience. Les manipuler avec beaucoup de soin et ne jamais les amener sur la paillasse ;
- En cas d'accident ou problème, aviser immédiatement votre enseignant.

1. Techniques de laboratoire

Au cours des travaux pratiques de chimie organique, on est amené à utiliser certaines techniques de laboratoire. Dans ce manuel, on se limitera aux techniques les plus importantes. Pour les autres techniques, l'étudiant devra revoir le manuel de la première année partie organique.

1.1. Chauffage

Très souvent, une ou plusieurs étapes d'une réaction nécessitent un chauffage. Pour que la surface de contact soit la plus grande possible, le ballon de la réaction ou le réacteur (bécher ou erlenmeyer) doit être chauffé par :

- Bain d'eau chaude (bain-marie)
- Bain d'huile chauffée par une plaque ou résistance chauffante
- Calotte chauffante reliée à un thermostat

1.2. Agitation

Les systèmes d'agitation les plus utilisés sont :

- Agitation magnétique à l'aide d'un barreau aimanté et d'un agitateur magnétique ;
- Agitation mécanique à l'aide d'une baguette ;

- Agitation par les grains de pierre ponce.

Le choix du mode d'agitation dépend de la nature du mélange réactionnel (liquide, visqueux...) et de la température de la réaction.

1.3. Filtration

Lors de la filtration, le liquide à filtrer (filtrat) passe à travers un filtre soit par gravité (**filtration simple**), soit par la différence de pression (**filtration sous vide**).

- **La filtration simple (fig. 1)**

Pour réaliser une filtration simple, on utilise un entonnoir muni d'un morceau de laine de verre (coton, papier filtre) en haut de la tubulure.

- **Filtration sous vide (fig. 2)**

La filtration sous vide nécessite un Büchner, un papier filtre et une fiole à vide. L'étanchéité est assurée par un joint en caoutchouc (cône de filtration). On relie la fiole à vide à une trompe à eau (ou à une pompe à vide). On stabilise le montage à l'aide d'une pince.

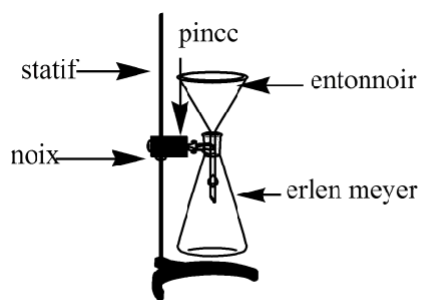


Fig 1 : Schéma de la filtration simple

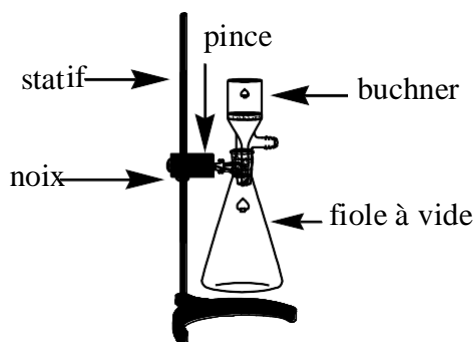


Fig 2 : Schéma de la filtration sous vide

1.4. Séchage

Le séchage d'un composé organique revient à éliminer toute trace d'eau ou bien tout autre solvant organique.

- **Séchage des liquides**

Pour sécher les liquides, on peut utiliser soit le séchage **ordinaire** soit le séchage **total**. Le séchage **ordinaire** utilise les desséchants chimiques alors que le séchage **total** utilise l'anhydride phosphorique, le sodium métallique ou les tamis moléculaires.

- **Séchage des solides**

Il existe deux méthodes de séchage des solides : le séchage à l'air libre (simple et lent) et l'utilisation d'un dessiccateur qui permet entre autres de conserver un produit à l'abri de l'humidité. Au fond du dessiccateur est placée une substance desséchante. Les principaux desséchants sont : H_2SO_4 concentré, pastille de KOH ou NaOH, $CaCl_2$ anhydre ou P_2O_5 .

2. Séparation et purification des produits

La plupart des réactions en chimie organique conduisent à un mélange plus ou moins complexe de substances organiques et minérales qu'il faut séparer. Il existe une gamme variée

de méthodes de séparation parmi lesquelles l'extraction, la recristallisation, la distillation, la chromatographie, l'entraînement à la vapeur, ...

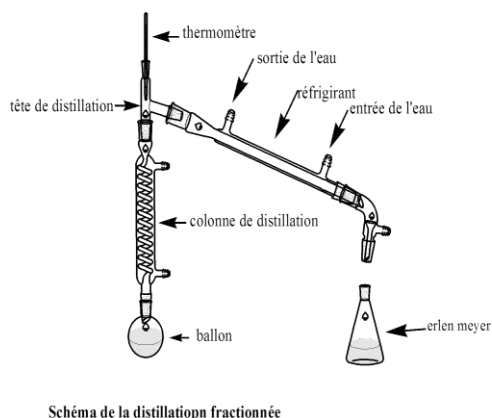
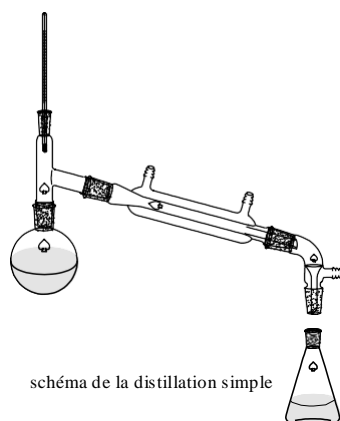
2.1. Distillation

La distillation est une technique de purification et de séparation des constituants d'un mélange liquide homogène. **Son principe repose sur la différence des températures d'ébullition des différents constituants du mélange.** Elle consiste à chauffer le mélange dans un ballon pour vaporiser les constituants et condenser les vapeurs.

La distillation est efficace si :

- Les points d'ébullition des différents constituants du mélange sont très différents
- Les constituants du mélange ne forment pas d'azéotrope
- Le matériel est adéquat : la hauteur de la colonne à distiller dépend de la différence des points d'ébullition ; en effet, plus les points d'ébullition sont proches plus hauteur de la colonne devrait être grande et vice-versa.

NB : Le débit d'une bonne distillation doit être à raison d'une goutte par seconde.



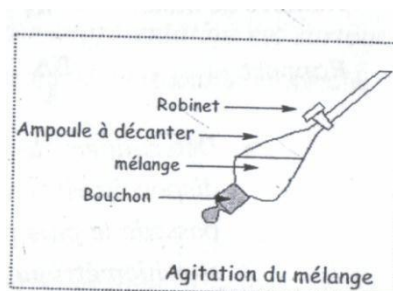
2.2. Extraction

L'extraction est une méthode largement utilisée en chimie organique. Elle permet de séparer les constituants d'un mélange en fin de réaction.

L'extraction liquide-liquide permet d'extraire un composé organique dissous dans un solvant. **Le principe de l'extraction liquide-liquide repose sur la différence de solubilité des constituants du mélange dans deux solvants non miscibles.** Généralement l'un des solvants est organique (éther, dichlorométhane, hexane...) et l'autre est l'eau.

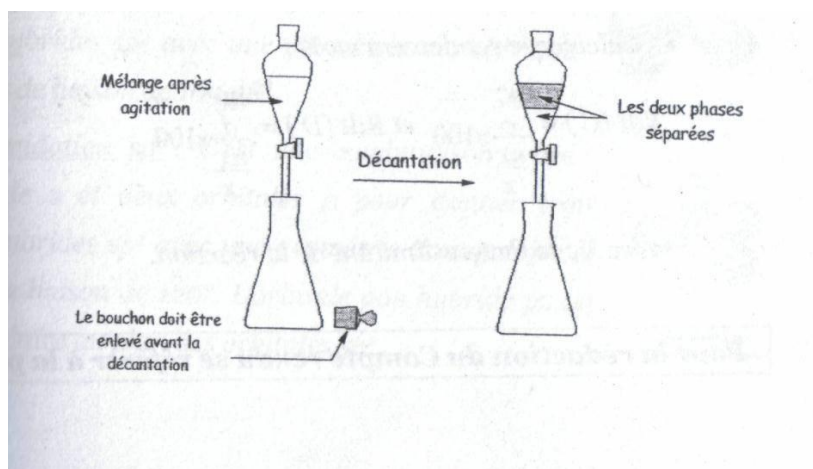
Dans la pratique, il faut :

- Vérifier le bon fonctionnement de l'ampoule à décanter. Les robinets en téflon ne doivent pas être graissés.
- Après remplissage de l'ampoule, on la bouche on la renverse en maintenant le bouchon dans la paume de la main.



- Après agitation, on ouvre le robinet pour éviter une surpression dans l'ampoule.

- On pose l'ampoule sur son anneau support ; un erlenmeyer (ou bécher) doit être placé en dessous puis on ouvre le bouchon.
- Les deux phases se séparent progressivement (décantation) à pression atmosphérique.



- On récupère les deux phases (organique et aqueuse) puis on détermine la concentration molaire de la substance étudiée dans chacune des phases respectivement M_1 et M_2 .
Le coefficient de partage K est le rapport entre M_1 et M_2 .

2.3. Recristallisation

Le principe de la recristallisation repose sur la différence de solubilité entre le composé à purifier (qui doit être solide à température ordinaire) et les impuretés dans un solvant ou un mélange de solvants appropriés à chaud (température d'ébullition du solvant) et à froid (température ordinaire).

Un bon solvant de recristallisation doit remplir les conditions suivantes :

- Solubiliser complètement le composé à purifier à chaud et faiblement à froid.
- Solubiliser les impuretés à chaud et à froid.
- Être inerte chimiquement vis-à-vis du produit à purifier.
- Être peu toxique et peu inflammable.
- La température d'ébullition du solvant doit être inférieure au point de fusion du produit à purifier.

Expérimentalement, le mode opératoire est le suivant :

- Dans un erlenmeyer, introduire le solide à purifier et un **minimum** de solvant de recristallisation.
- Porter le mélange à ébullition en agitant.
- Filtrer à chaud pour éliminer les impuretés insolubles (qui ne sont solubles ni à chaud, ni à froid).
- Refroidir lentement la solution. Un refroidissement rapide aurait pour conséquence de piéger les impuretés dans les cristaux formés.
- Filtrer à froid le solide cristallisé.

Remarque :

Il existe deux types d'impureté : les impuretés solubles et les impuretés insolubles.

- Dans un mélange contenant 10 g d'un composé organique A et 0,1 g d'un composé organique B, tous deux solubles dans un solvant, le composé B représente pour le composé A une impureté soluble. La solution bouillante étant saturée en A, seul ce composé A pourra cristalliser ; la solution n'étant pas saturée en composé B, celui-ci restant en solution. La filtration permettra ainsi de récupérer une bonne quantité de A, tout en laissant B et une petite quantité de A (celle soluble à froid) en solution.
- Dans un mélange contenant 5 g d'un composé organique C et 1 g de silice ou de sable, le sable représente pour le composé C une impureté non soluble. La solution bouillante étant saturée en A, ce composé A cristallisera après la filtration. Le la silice ou le sable restera sur le papier filtre.

2.4. Pureté des produits obtenus

La pureté du solide obtenu au cours d'une réaction peut être contrôlée de deux façons :

- La prise de son point de fusion à l'aide d'un appareil permettant de mesurer le point de fusion. Dans la suite on compare ce point de fusion à celui décrit dans la littérature.
- La chromatographie sur couche mince effectuée sur un échantillon de produit laisse apparaître une seule tache indiquant que le produit est pur. On peut aussi effectuer des CCM comparatives.

3. Calcul du rendement d'une réaction

On considère la réaction d'équation-bilan ci-dessous :



Le rendement de la réaction est le rapport de la quantité de produit (C ou D) obtenue à la quantité que l'on aurait dû obtenir si la réaction était totale. Ce calcul n'a de signification que si le produit pesé est pur et sec ; dans le cas contraire il s'agit d'un rendement brut.

Pour calculer ce rendement il faut respecter l'ordre suivant :

- Écrire et équilibrer l'équation-bilan support de la réaction.
- Calculer la masse molaire de chaque réactif et de chaque produit.
- Calculer la quantité de matière de chaque réactif et de chaque produit.
- Le nombre de mole de chaque produit

Équation	aA	bB	cC	dD
Masse utilisée	m(A)	m(B)	-----	-----
Masse obtenue	-----	----	m(C)	m(D)
Masse molaire	M(A)	M(B)	M©	M(D)
Quantité de matière	n(A)	n(B)	n(C)	n(D)
Rapport	$\frac{n(A)}{a}$	$\frac{n(B)}{b}$	$\frac{n(C)}{c}$	$\frac{n(D)}{d}$

- Déterminer le facteur limitant (c'est le réactif qui disparaît entièrement si la réaction était totale : il possède le plus petit rapport nombre de mole sur le coefficient stœchiométrique)

$$\text{Si } \frac{n(A)}{a} < \frac{n(B)}{b}, \text{ le facteur limitant est le réactif A.}$$

$$\text{Si } \frac{n(A)}{a} > \frac{n(B)}{b}, \text{ le réactif limitant est le réactif B.}$$

Si $\frac{n(A)}{a} = \frac{n(B)}{b}$, les deux réactifs sont dans les mêmes proportions que celles définies

par les coefficients stœchiométriques de l'équation-bilan support de la réaction. Ils vont donc s'épuiser ensemble au cours de la réaction.

➤ Calculer le rendement en % : $\text{Rdt}(C) = \frac{n(C)}{c} \cdot 100$; $\text{Rdt}(D) = \frac{n(D)}{d} \cdot 100$, où X

représente le réactif limitant. $\frac{n(X)}{x}$ $\frac{n(X)}{x}$

MANIPULATION N° 1 : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

Introduction

Les devoirs à faire en groupe représentent pour les étudiants un moment d'apprentissage à l'ouverture aux autres dans la recherche commune des solutions à un problème posé. Ainsi, en participant à ce type d'exercice, les étudiants apprennent à s'organiser et se mobiliser pour un succès commun.

A la suite de l'expérience acquise au niveau 1 sur les travaux en groupes, cette année, en plus du document qu'ils confectionneront, ils devront présenter devant leurs camarades leurs trouvailles et répondre à leurs questions.

1. Thèmes des exposés

Le thème général est : « **les molécules d'intérêts biologiques** ». Les sous-thèmes sont :

- Les saponines ;
- Les coumarines ;
- Les stilbénoides ;
- Les biflavonoïdes ;
- Les roténoïdes ;
- Les naphthoquinones ;
- Les céramides ;
- Les lignanes ;
- Les alcaloïdes ;
- d'autres sous-thèmes, dans le même esprit, à l'appréciation de l'enseignant.

2. Travail à faire

Chaque groupe d'exposé composé de 10 à 15 étudiants devra rédiger un mémoire, sur leur sous-thème, tout en faisant ressortir clairement les aspects suivants :

- les structures de bases des composés organiques de la famille étudiée;
- les propriétés pharmacologiques des composés organiques de la famille étudiée accompagnées, si possible, des structures des composés responsables de ces activités ;
- éventuellement les tests caractéristiques des composés organiques de la famille étudiée.

3. Critères d'évaluation du mémoire

Le mémoire, rédigé en *Times New Roman* et avec une taille de la police de 12, portera sur 5 pages au maximum. Les marges seront de 2,5 cm et l'interligne sera de 1,5. Les différentes parties seront notées comme suit :

- **La couverture** notée sur **2 pts** comportera :
 - ✓ les noms, prénoms et matricules des membres du groupe dans l'ordre alphabétique;
 - ✓ le thème et le sous-thème;
 - ✓ les noms des encadreurs.
- **Le corps du devoir** noté sur **16 pts** comportera :
 - ✓ une **introduction** sur **1,5 pt**;
 - ✓ les **structures de base** de la famille de composés étudiés sur **2 pts**;

- ✓ des **propriétés pharmacologiques** accompagnées éventuellement des structures des composés responsables de ces activités sur **6 pts**;
- ✓ des **tests caractéristiques** des composés organiques de la famille étudiée sur **3pts** ;
- ✓ une **conclusion** sur **1,5 pt**;
- ✓ les références bibliographiques indiquant clairement les sites ou les documents consultés sur **2 pts**.
- Présentation du document sur **2 pts**.
- Présentation de l'exposé en salle devant les camarades de classe sur **10 pts**.

MANIPULATION N° 2 : PRESENTATION DU DOCUMENT SCIENTIFIQUE SOUS FORME DE POSTER

Introduction

La communication scientifique (CST) est l'activité dont l'objet est de diffuser les problématiques et les résultats de la recherche scientifique fondamentale ou appliquée ou du développement industriel soit en direction des pairs, soit vers un large public ; il peut s'agir de la communication des scientifiques à destination des autres membres de la communauté scientifique, règles beaucoup plus souples pour la vulgarisation. Dans tous les cas, qu'elle soit écrite ou orale (voir TP CHM L1), elle recherche l'efficacité et la bonne perception des messages émis. Ce type de communication est enseigné dans le cadre de formations initiales de type Licence ou master ou par le biais de modules de formation courts :

La communication scientifique et technique peut passer par différents médias : conférences, panneaux ou posters, articles, émissions de radio et de télévision, interviews, exposition d'objets, mais aussi images, vidéos

Un poster est une affiche dont le but a cessé d'être publicitaire et dont la fonction est éducative ou informative. Ainsi, un *Poster Scientifique* est une affiche de vulgarisation consistant à expliquer des concepts scientifiques à l'aide de mots simples, pour un affichage, une visibilité qui permet d'attirer l'attention du grand public professionnel.

1. Réalisation d'un poster

Un poster étant un excellent moyen de présenter des informations qui sont nécessaires pour de nombreux cours, projets et conférences, il est nécessaire d'organiser le contenu de manière stratégique afin qu'il soit aussi clair et facile à lire que possible.

Après avoir défini le but rhétorique de votre communication et l'avoir formulé en un énoncé principal, il est temps de sélectionner et rédiger les contenus de votre poster.

La structuration concerne les groupements des contenus en sections ou rubriques et la linéarisation des groupements pour donner un ordre de lecture optimal.

La hiérarchisation concerne le groupement des informations en niveaux allant du général au spécifique ou d'une famille de catégories aux exemples particuliers. Utilisant l'analogie à une arbre, la hiérarchisation est aussi dite une structuration arborescente. Ainsi, le titre est le tronc, les sections sont les branches, les sous-sections sont les sous-branches et les détails sont les feuilles et fleurs.

La structuration et la hiérarchisation des informations textuelles et graphiques dans une communication permettent de mieux appliquer les principes du design visuel pour attirer et engager les lecteur(e)s, et faciliter la lecture et la compréhension

Une bonne structuration des informations les plus importantes et pertinentes par rapport à votre but rhétorique vous permettra de guider la lecture.

1.1. La structure du poster scientifique

Les posters scientifiques suivent un format de communication scientifique particulier. Lors de conférences scientifiques, les chercheurs présentent brièvement leurs recherches avec une affiche comme support visuel. La structure des informations d'un poster scientifique est fortement définie par les conventions des communications scientifiques. Une communication scientifique contient, avec un peu de variation selon le domaine, les composants suivants dans une structure linéaire qui est reprise dans les posters scientifiques :

- ✓ **Titre** de la communication ou article
- ✓ **Noms des auteurs**, leurs coordonnées (email) et leurs institutions d'affiliation
- ✓ **Résumé** des contenus quelques mots ou abstrait (si demandé)
- ✓ **Introduction** de l'historique et la problématique
- ✓ **Méthodes et résultats** : c'est la partie au cœur de votre communication. Il s'agit de décrire les techniques utilisées pour récolter et analyser les données. Soyez bref(ves), sauf si les méthodes sont innovatrices et font la spécificité de la recherche
- ✓ **Résultats des analyses menées**
- ✓ **Discussion/Conclusion** des résultats présentés, **perspectives**
- ✓ **Littérature/Ressources** citées dans la communication
- ✓ Remerciements : partenaires, associations, etc (avec ou sans logos)

1.2. Hiérarchisation des informations

Peu importe la structure globale choisie, il y aura un découpage à faire en niveau d'importance des informations sous chaque rubrique. Chaque gros grain d'information (section ou rubrique) présente une collection de plus petits grains d'informations constituées de texte et d'images groupés pour communiquer le message d'une section.

Définir les grains d'information

- ✓ **En-tête** : Titre de la communication
- ✓ **Niveau 1** : Sections (titres) - découper les informations en 3 à 5 grandes sections qui seront le focus de votre message. Ce sont les plus gros grains d'information et représentent le niveau supérieur dans la hiérarchie structurelle de votre communication.
- ✓ **Niveau 2** : Sous-sections (sous-titres)
- ✓ **Niveau 3** : Sous-sections des sous-sections (sous-titres) (à éviter dans un poster)
- ✓ **Corps du texte**, images
- ✓ **Informations supplémentaires** : légendes des figures/images/schémas, références, texte à l'intérieure des schémas, informations légales, notes de bas de page, etc.

1.3. Astuces pour la rédaction du texte

- ✓ Utiliser des sous-titres brefs et descriptifs au lieu des termes génériques pour les sections et sous-sections.
- ✓ Utiliser des sous-titres pour découper les sections en sous-sections si nécessaire.
- ✓ Alléger le texte. Limiter le nombre de mots autant que possible, voir à 250 à 300 mots (littérature et ressources exclues). Privilégiez les images illustratives aux textes longs.
- ✓ Utiliser des listes de puces et la numérotation pour les informations chronologiques, 7 items maximum dans une liste
- ✓ Enlever les informations inutiles

2. Présentation d'un poster

- Préparer un poster
- Définir et problématiser son sujet. C'est le moment de reprendre la proposition de communication et de faire les premières recherches. ...
- Présenter le corpus. ...
- Définir des axes de réflexion et noter ses idées. ...
- Rédiger ou ne pas rédiger ?
- Un poster doit être joli

Le poster doit être attractif visuellement afin d'attirer le lecteur, c'est pourquoi il faut qu'il soit aéré, esthétique et lisible. Le poster idéal contient 30 % de textes, 40 % d'illustrations et 30 % d'espaces blancs

3. Logiciel utilisé pour réaliser un poster ?

Les logiciels de publication assistée par ordinateur

- ✓ Adobe InDesign : le logiciel le plus célèbre de PAO. À priori, quand vous saurez l'utiliser, vous saurez tout faire. ...
- ✓ Scribus : le logiciel libre de PAO par excellence. Essayez-le, il est gratuit. ...
- ✓ Microsoft Publisher : le logiciel de PAO de la suite Microsoft Office.
- ✓ Microsoft Office PowerPoint

4. Le Power Point

Utilisez PowerPoint pour formater rapidement et facilement votre contenu en une affiche accrocheuse. Une fois que vous avez formaté l'affiche et finalisé tout le contenu, vous êtes prêt à présenter votre affiche

4.1. Vocabulaire lié à Power Point

Diaporama : mode d'affichage pour diffuser une présentation sur un écran.

Diapositive : une page de travail qui s'affiche quand on ouvre un fichier dans Power Point. Il est possible d'afficher des images, du texte, du son. Chaque diapositive est constituée de plusieurs éléments (arrière, plan, titre, sous-titre, zone de travail...)

Effet de transition : entre chaque diapositive, il est possible d'intégrer des effets qui vont rythmer votre représentation.

5. Réalisation d'un poster sur Power Point

Pour réaliser un Power Point on suit les consignes suivantes

- 1) Ouvrez Power Point.
- 2) Dans l'onglet Accueil > bouton Disposition, choisissez la disposition qui convient pour votre diapositive (disposition Vide sans doute)
- 3) Allez dans l'onglet Création > bouton Taille des diapositives > Mise en page.
- 4) Pour du A0, insérez les dimensions 84.1 cm x 118.9 cm.

4.1) Taille d'un poster

4.2) Les formats de posters les plus populaires

Poster au format A0 (80 x 120 cm). Poster au format A1 (60 x 80 cm). Poster au format A2 (40 x 60 cm). Poster au format A3 (30 x 40 cm).

4.3) Police utilisée

Utilisez des polices facilement lisibles. Évitez les polices cursives ou manuscrites, telles que Brush Script et French Script, car elles peuvent être difficiles à lire. Optez pour des polices académiques traditionnelles, faciles à lire et largement utilisées. Times New Roman, Helvetica, Calibri, Arial et Garamond sont de bonnes options de police

Utilisez au moins une police de 16 points dans votre affiche pour la rendre facile à lire. Si la police de votre affiche de présentation est trop petite, cela découragera les spectateurs potentiels de la lire. Si vous disposez de suffisamment d'espace, augmentez la taille de la police à 20 pt ou 24 pt. Plus le texte est grand - plus il sera facile à lire.

6. Références

- https://edutechwiki.unige.ch/fr/Structurer_et_hi%C3%A9rarchiser_les_informations-chapitre_vi_cours_redaction_scientifique_et_recherche_bibliographique (pdf)

7. Travail à faire

Présentez votre thème de recherche que vous avez préalablement écrit dans Word (TP N°1) sous forme d'un poster

Document de travail : Manuel de TP
Tutorat Poster (PDF) et autres (Internet)

8. Critères d'évaluation du poster

- **Votre poster scientifique** se résume en 8 questions
 1. Apparence générale. 0 – Impression de désordre ou d'encombrement. ...
 2. Utilisation d'espace blanc. 0 – Très peu. ...
 3. Equilibre texte / illustrations. 0 – Trop de texte ou pas assez de texte. ...
 4. Taille du texte. ...
 5. Mise en page. ...
 6. Titre. ...
 7. Identification de l'auteur. ...
 8. Objectifs de la recherche.
- **Grille dévaluation**

Apparence générale Peu attractif de loin, donne une impression de masse solide, ou de blocs imposants éventuellement déconnectés entre eux. Peu d'espace blanc 0pt Plaisant à regarder. Harmonieux dans l'usage des couleurs et du graphisme général 2pts Très plaisant à regarder. Couleurs très bien choisies, graphisme attirant 3 pts
Équilibre textes/graphiques Trop de texte. Le poster donne une impression accablante de texte seul 0 pts Pas assez de texte, graphiques incompréhensibles par manque de commentaires 1pts Bon équilibre. Texte et graphiques bien étalés sur le poster, bonne explication des graphiques 2 pts
Taille du texte Texte trop petit pour lire aisément de loin (plus de 1,5 m) 0 pts Corps du texte principal bon mais légendes trop petites 2 pts Facile à lire à 1,5 m de distance 3 pts
Identification Pas d'auteur(s) ni de contact (adresses, mail...) 0 pts Identification partielle 1 pts Identification complète 2 pts
Organisation du poster On ne comprend pas le sens de lecture dans le poster 0 Implicite. Titres (Introduction, Méthodes, etc.) et sous-titres organisent la lecture 2 pts Numérotation explicite, structure claire avec des sous-titres, objectifs, résultats, conclusions... 3 pts
Style Niveau de langage soutenu, structure syntaxique compliquée, phrases trop longues 0 Vocabulaire adapté mais structure lourde, tournures de phrases complexes 2 pts Vocabulaire adapté au grand public, tournures de phrases simples, phrases courtes, charnières logiques bien employées 3 pts
Contenu Trop simpliste ou trop compliqué 0pts Objectifs de la communication clairement établis mais le contenu reste trop flou ou trop compliqué 2 pts Public bien ciblé, contenu clair. Le poster permet d'engager la discussion, le dialogue 3 pts

Nombre de points : sur 24 points Prestation sur **6 points : TOTAL** sur 30 POINTS

MANIPULATION N° 3 : SYNTHÈSE ET PURIFICATION DE L'ASPIRINE

Introduction

L'aspirine a été fabriquée industriellement et commercialisée pour la première fois en 1899 par la firme allemande BAYER. La première synthèse est l'œuvre du chimiste Allemand Félix Hoffman. Elle demeure aujourd'hui l'un des produits pharmaceutiques les plus vendus dans le monde. La consommation mondiale est environ de 40 000 tonnes par an.

L'aspirine ou acide 2-acétoxybenzoïque ou acide acétylsalicylique est un antipyrétique, un analgésique et un anti rhumatismal (anti inflammatoire de l'arthrite). Elle interfère dans la biosynthèse des prostaglandines, diminuant la fièvre, la douleur et l'inflammation.

Données physico-chimiques - Risques et sécurité

Anhydride acétique	Liquide incolore d'odeur piquante Température d'ébullition ($p = 1,013 \text{ bar}$) : 136,4 °C Température de fusion ($p = 1,013 \text{ bar}$) : - 73 °C Soluble dans l'eau et l'éthanol Densité : 1,082 Indice de réfraction : $n_D^{20} = 1,390$ Hydrolyse en présence d'humidité (bien refermer le flacon). Vapeurs irritantes pour les muqueuses oculaires et respiratoires. En cas d'inhalation, faire respirer de l'air frais. En cas de contact avec les yeux, laver abondamment à l'eau. En cas d'ingestion faire boire beaucoup d'eau. Produit inflammable. En cas d'incendie, extinction à la poudre (n'utiliser ni eau, ni mousse carbonique).
Acide salicylique	Solide blanc Température de fusion ($p = 1,013 \text{ bar}$) : 159 °C Peu soluble dans l'eau à froid, soluble à chaud, très soluble dans l'alcool et l'éther. Poudre irritante pour les muqueuses oculaires et respiratoires pouvant provoquer des lésions oculaires. En cas d'inhalation, faire respirer de l'air frais. En cas de contact avec les yeux laver abondamment à l'eau, paupières écartées. En cas d'ingestion faire boire beaucoup d'eau et provoquer le vomissement.
Aspirine	Solide blanc Solubilité dans eau à 25 °C : 3,3 g.L ⁻¹ Décomposition à la chaleur (à partir de 128 °C, $p = 1,013 \text{ bar}$). Il est pour cette raison impossible de prendre un point de fusion (compris entre 135 et 140 °C, $p = 1,013 \text{ bar}$). Très soluble dans l'éthanol.

N.B. : Pour cette manipulation, chaque étudiant apportera un comprimé d'aspirine.

1. Synthèse de l'aspirine

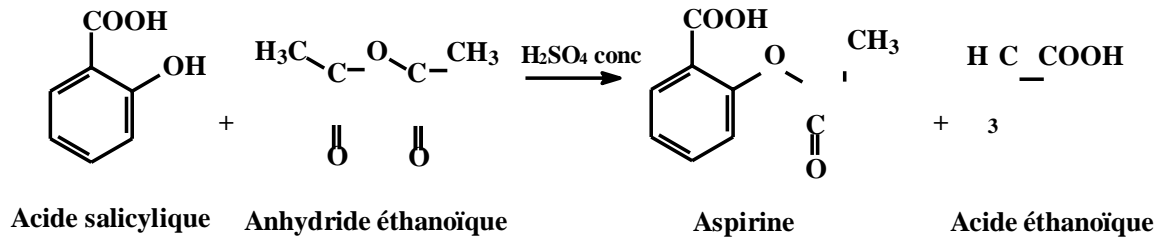
1.1. Principe de la réaction

Il s'agit d'une réaction d'estérification permettant d'obtenir l'aspirine, par réaction entre un alcool aromatique (un phénol) et un acide carboxylique. Dans ces conditions, la réaction est lente, équilibrée et donne un faible rendement.

Pour obtenir les conditions optimales de la réaction :

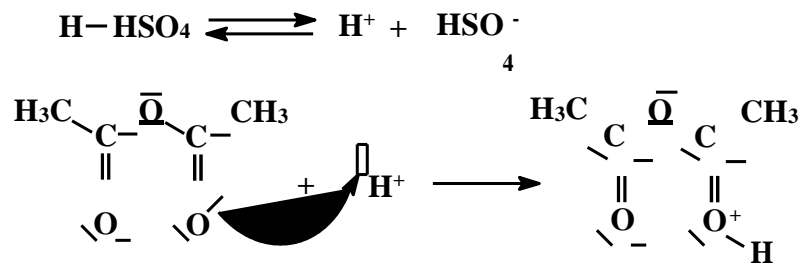
- on remplace l'acide carboxylique par l'un de ses dérivés (anhydride d'acide);
- on travaille à 60 °C environ;
- on utilise un catalyseur (acide sulfurique);
- on évite la présence de l'eau.

Dans ce TP, pour réaliser la synthèse de l'aspirine on fait réagir l'anhydride acétique sur l'acide salicylique selon l'équation de la réaction suivante :

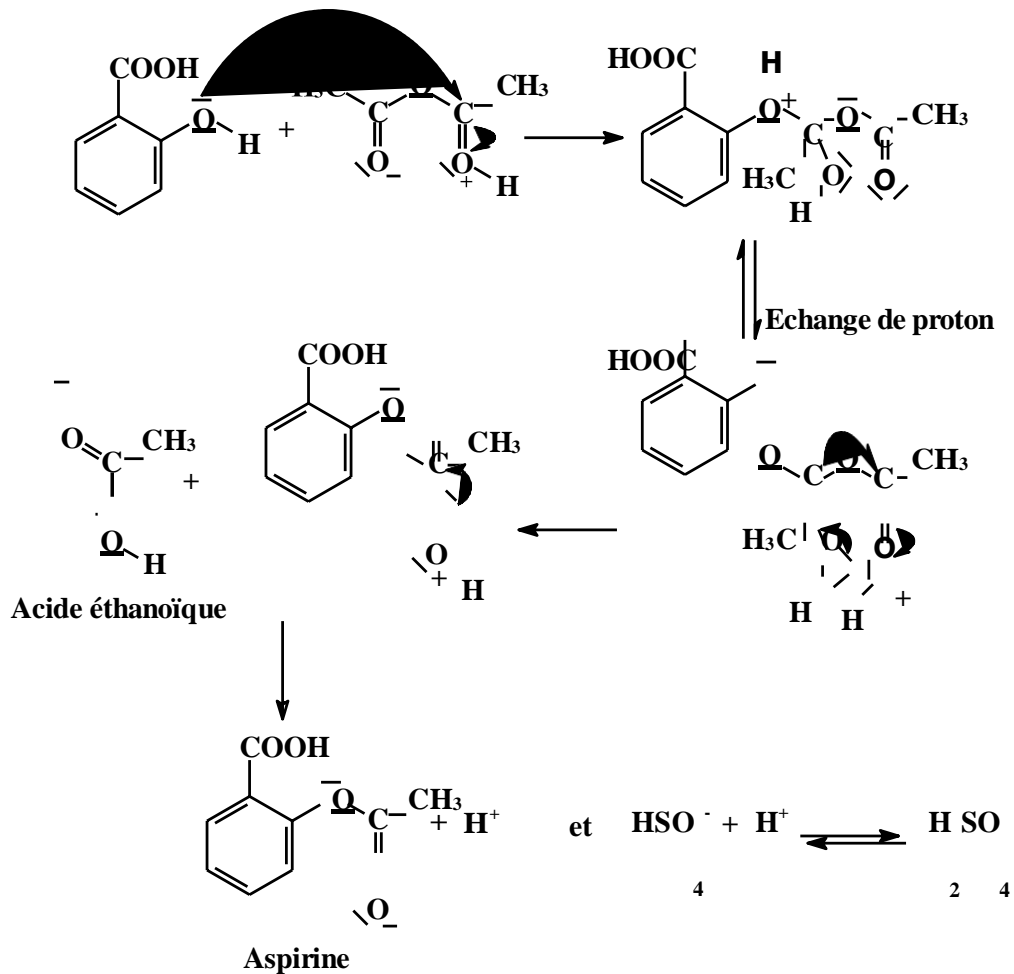


Mécanisme proposé :

➤ Première étape



➤ Deuxième étape



1.2. Mode opératoire

- Introduire dans un ballon de 100 mL bien sec et muni d'un réfrigérant à eau :
- ✓ 1 g d'acide salicylique
- ✓ 2 mL d'anhydride éthanoïque

- ✓ 2 gouttes d'acide sulfurique concentré
- Chauffer le mélange au bain marie pendant environ une demi-heure à une température comprise entre 50 et 60°C.
- Arrêter le chauffage et ajouter progressivement 20 mL l'eau glacée en agitant vigoureusement. Prolonger l'agitation pendant une quinzaine de minutes tout en refroidissant le milieu réactionnel.
- Filtrer le précipité et laver à l'eau froide puis essorer.

2. Purification de l'aspirine brute obtenue par recristallisation

- Chauffer avec précaution, pour dissoudre le produit brut obtenu dans un minimum de mélange 5 à 10 mL eau-éthanol (2,5.1).
- Filtrer à chaud sur un entonnoir.
- Refroidir lentement pour faire précipiter l'aspirine pure.
- Filtrer et essorer les cristaux obtenus.

3. Vérification de la pureté de l'aspirine obtenue

- Sur une plaque pour CCM, déposer trois taches : la première correspondant à l'acide salicylique, la deuxième correspondant à l'aspirine synthétisée et la troisième correspondant à l'aspirine commerciale chacun dissout dans l'acétate d'éthyle.
- Développer cette plaque dans le système chlorure de méthylène méthanol dans les proportions volumiques 9:1.
- Visualiser la plaque à l'aide des vapeurs d'iode.

4. Test au chlorure ferrique

Le chlorure ferrique est un réactif qui permet de caractériser la fonction phénol. En effet, en présence du chlorure ferrique, les phénols donnent une coloration violette due à l'ion complexe de formule générale : $[\text{Fe}(\text{OAr})_6]^{3-}$.

À l'aide d'une spatule, introduire dans trois flacons des petites quantités de l'acide salicylique, aspirine synthétisée et de l'aspirine commerciale puis dissoudre à l'aide de l'éthanol. Refroidir chaque solution puis ajouter une goutte de solution de chlorure ferrique. Noter la couleur dans chaque flacon.

MANIPULATION N° 4 : LA SYNTHÈSE DU PARACÉTAMOL

Introduction

Le paracétamol ne contient pas de centre chiral et n'a aucun stéréoisomère. La synthèse n'a pas besoin d'être stéréocontrôlée et elle est plus simple que les synthèses asymétriques d'autres substances pharmaceutiques.

Le paracétamol fut synthétisé pour la première fois en 1878 par Harmon Northrop Morse. La première étape est la réduction du *para*-nitrophénol en *para*-aminophénol en présence d'étain dans de l'acide acétique glacial. Le *para*-aminophénol obtenu est ensuite acylé par l'acide acétique pour obtenir du paracétamol. Vignolo simplifia cette synthèse en utilisant le *para*-aminophénol comme produit de départ. Une seule étape d'acylation est nécessaire pour obtenir le produit désiré, ce qui raccourcit la synthèse. Plus tard, Friedlander modifia la synthèse en faisant l'acylation du *para*-aminophénol à partir de *para*-nitrophénol avec de l'anhydride acétique au lieu de l'acide acétique, avec un meilleur rendement.

L'intérêt du paracétamol a été réduit lors des premières années de commercialisation en raison d'une contamination par le *para*-aminophénol à cause du procédé de fabrication.

De nos jours, il existe différentes méthodes de synthèse industrielle du paracétamol. La plupart utilise l'acylation du *para*-aminophénol avec de l'anhydride éthanoïque.

Autres noms du paracétamol

- acetaminophen (nom utilisé dans les pays anglo-saxons)
- acétylparaminophénol
- acétyl-p-amino-phénol
- hydroxy-4'-acétanilide
- para-acétamidophénol
- Para-acétamino-phénol
- N-acétyl-para-aminophénol.

1. But

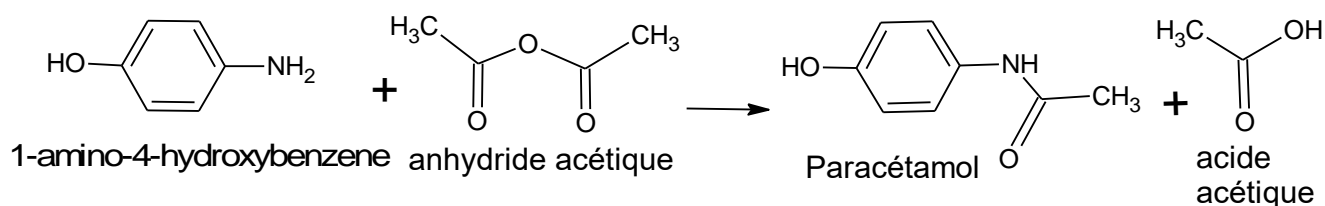
Le but de la manipulation est de synthétiser le paracétamol, par acylation du *para*-aminophénol avec l'anhydride éthanoïque, purifier le produit brut obtenu et identifier le paracétamol purifié.

2.

Préparation

2.1. Principe

Le principe de la réaction repose sur la réaction exothermique entre l'anhydride éthanoïque ($(\text{H}_3\text{CO})_2\text{O}$) et le 1-amino-4-hydroxybenzène selon l'équation-bilan ci-dessous.



2.2. Protocole expérimental

	État physique (à 25°C et P = 1 bar)	Densité	TF (en °C)	TE (en °C ; P = 1 bar)
1-amino-4-hydroxybenzène	Solide		186	
Anhydride éthanoïque	Liquide	1,08	-73	136
Acide éthanoïque	Liquide	1,03		118
Paracétamol	Solide		170	

- Dans un erlenmeyer, on introduit successivement une masse $m = 2,8$ g de 1-amino-4-hydroxybenzène et 25 mL d'eau. Attendre la dissolution complète.
- Après avoir refroidi le mélange, on introduit **lentement** un volume $V = 3,5$ mL d'anhydride éthanoïque mesuré à l'aide d'une éprouvette, tout en agitant.
- En plaçant l'erlenmeyer dans un bain d'eau glacée, le paracétamol formé, ou paracétamol brut (PB), précipite sous forme de cristaux. Après filtration, lavage avec un peu d'eau et séchage, on pèse le paracétamol brut (PB) obtenu. Sa masse m_1 est égale à 3,2 g.

3. Recristallisation

Les cristaux de paracétamol brut sont ensuite dissouts dans 20 mL d'eau bouillante. La solution est ensuite refroidie dans de la glace jusqu'à la cristallisation, aussi complète que possible, du paracétamol recristallisé (PR). Après filtration, lavage à l'eau et séchage à l'étuve, peser le paracétamol recristallisé (PR). Sa masse m_2 est égale à 2,01 g.

4. Chromatographie

On réalise une chromatographie sur couche mince du paracétamol recristallisé (1) et de paracétamol pharmaceutique (2) avec pour éluant, un mélange de dichlorométhane et d'éthanol dans les proportions volumiques 6:4.

MANIPULATION N° 5 : LA SYNTHÈSE DU SAVON

Introduction

Le **savon de base** est réalisé à partir de matières grasses (huiles, beurres, ...), de lessive (soude ou potasse) et d'eau ; le produit fini après la saponification ne contient plus ni d'huile, ni de soude, mais principalement du carboxylate de sodium, de l'eau et de la glycérine : le savon de base est entièrement biodégradable. En général **la matière grasse** représente environ 2/3 du volume total du savon. En théorie, il est possible d'utiliser n'importe quelle huile ou graisse ; dans la pratique le nombre et la nature des matières grasses sont limités pour des raisons économiques, techniques et chimiques.

1. Catégories de corps gras utilisés en savonnerie

On distingue trois grandes catégories de corps gras en savonnerie : les huiles de noix, les graisses dures et les huiles douces.

1.1. Huiles de noix

Les huiles de noix contiennent une forte proportion d'acide laurique (exemples : l'huile de coprah (coco) et l'huile de palme). Elles se saponifient facilement et produisent rapidement de la mousse. Elles sont tout à fait appropriées pour le procédé de fabrication à froid. Les savons obtenus à partir de ces huiles rendent la peau rude ; c'est pour cette raison que ces huiles sont souvent mélangées à d'autres huiles (de 10 à 20%).

1.2. Graisses dures

Les graisses dures renferment une quantité importante d'acide palmitique et stéarique (exemples : l'huile de palme et les graisses animales). Elles sont intéressantes en savonnerie pour leur rigidité et pour leur mousse stable, bien qu'assez lente à se former.

1.3. Huiles douces

Les huiles douces ont une quantité intéressante d'acide oléique et linoléique (exemples : les huiles d'olive, de ricin, de coton, de lin, de soja et d'arachide). Elles permettent d'obtenir rapidement une belle mousse et une bonne solubilité du savon dans l'eau.

C'est donc le choix des corps gras qui détermine les caractéristiques du savon (consistance, pouvoir moussant et détergent, solubilité dans l'eau ...).

Les caractéristiques de certaines huiles sont résumées dans le tableau ci-dessous.

Matière grasse	Pouvoir moussant	Pouvoir détergent	Effet sur la peau
Huile de coco	Bon, rapide, mousse instable	Bon	Très rude
Huile de palme	Bon, lente, mousse stable	Très bon	Très doux
Beurre de karité	Faible, formation lente	Assez bon	Très doux
Huile d'arachide	Assez bon, formation lente	Assez bon	Très doux
Huile de soja	Moyen	Moyen	Très doux
Huile de neem	Bon, rapide, mousse stable	Très bon	Doux
Huile de ricin	Faible, rapide, mousse stable	Bon	Doux
Huile de sésame	Bon, lente, mousse stable	Bon	Doux
Huile de coton	Moyen, mousse stable	Bon	Doux
Saindoux	Bon, rapide, mousse stable	Bon	Très doux
Suifs	Faible, lente, mousse stable	Bon	Très doux

2. Indices utilisés en savonnerie

Il existe trois indices qui caractérisent les corps gras et dont il faut tenir compte pour déterminer la composition « idéale » de corps gras : l'indice de saponification, l'indice d'iode et le facteur INS.

2.1. Indice de saponification

L'indice de saponification est la valeur correspondant à la quantité de potasse nécessaire pour saponifier une quantité donnée du corps gras. Plus l'indice de saponification est élevé, meilleure est la transformation en savon. Pour connaître la quantité en soude caustique, il faut multiplier l'indice de saponification par 0,713.

2.2. Indice d'iode

L'indice d'iode indique la présence d'acides gras insaturés dans les corps gras. Il se traduit en centigrammes d'iode absorbés par un gramme d'huile. Plus l'indice d'iode est élevé, plus le savon sera mou.

2.3. Facteur INS

Le facteur INS est un coefficient qui s'obtient en ôtant l'indice d'iode de l'indice de saponification du corps gras concerné. On l'emploie pour constituer le mélange des corps gras et pour estimer la qualité du savon que donnera ce mélange de corps gras. Les corps gras avec un coefficient élevé (savon trop dur) ou bas (savon trop mou) ne peuvent être utilisés seuls dans la fabrication du savon. Pour trouver la bonne composition de corps gras, répondant à toutes ces exigences, il est recommandé d'obtenir un coefficient INS proche de 146.

Corps gras	Indice de saponification	Indice d'Iode	Facteur INS
Abricot	195	100	91
Amandes douces	195	99	97
Arachide	192	92	99
Argan	191	95	95
Avocat	186	86	99
Babassu	245	15	230
Boabab	200	75	125

3. Lessive

On distingue deux types de lessives en savonnerie : l'hydroxyde de sodium et l'hydroxyde de potassium.

3.1. Hydroxyde de sodium

L'hydroxyde de sodium, encore appelé soude caustique, de formule NaOH, est la lessive la plus employée. Elle permet de réaliser des savons « durs ». C'est un produit chimique assez répandu que l'on trouve relativement facilement dans le commerce. On la trouve sous la forme de blocs solides, de paillettes, de poudre et de liquide.

3.2. Hydroxyde de potassium

L'hydroxyde de potassium, encore appelé potasse caustique, de formule KOH, est une lessive que l'on emploie pour réaliser des savons « mous » facilement soluble dans l'eau. Elle

est surtout utilisée dans la fabrication de savons liquides et de shampooings. C'est un produit très répandu dans la nature. Les arbres et les plantes ont la propriété d'assimiler le potassium en assez grande quantité et c'est pour cette raison que nos ancêtres réalisaient de la lessive avec de la cendre de plantes et de l'eau bouillante.

Chaque corps gras nécessite une quantité bien définie de lessive pour être saponifié. Cette quantité est indiquée par l'**indice de saponification** de chaque huile, qui est la capacité des graisses à se transformer en savon.

3.3. Exemple de calcul de la quantité de soude caustique nécessaire pour saponifier le mélange composé de 500 g d'huile d'olive, 200 g d'huile de coco et 300 g d'huile de palme

L'indice de saponification de l'huile d'olive est de 190. Il faut multiplier ce nombre par 0,713 pour obtenir la quantité de soude adéquate pour saponifier 1 kg d'huile. Soit 135,47 g de soude pour 1 000 g d'huile d'olive. La quantité de soude nécessaire pour 500 g d'huile d'olive est $(135,47 \times 500) / 1000 = 67,73$ g de soude.

L'indice de saponification de l'huile de coco est de 257. Il faut multiplier ce nombre par 0,713 pour obtenir la quantité de soude adéquate pour saponifier 1 kg d'huile. Soit 182,24 g de soude pour 1 000 g d'huile de coco. La quantité de soude nécessaire pour 200 g d'huile de coco est $(182,24 \times 200) / 1000 = 36,64$ g de soude.

L'indice de saponification de l'huile de palme est de 199. Il faut multiplier ce nombre par 0,713 pour obtenir la quantité de soude adéquate pour saponifier 1 kg d'huile. Soit 141,88 g de soude pour 1 000 g d'huile de palme. La quantité de soude nécessaire pour 300 g d'huile de palme est $(141,88 \times 300) / 1000 = 42,56$ g de soude.

Au total, $67,73 + 36,64 + 42,56 = 146,93$ g

Il faut donc **146,93 g de soude caustique** pour saponifier le mélange composé de **500 g d'huile d'olive, 200 g d'huile de coco et 300 g d'huile de palme.**

On peut ajouter entre 5% et 10% de lessive au résultat obtenu pour réaliser un savon plus gras et donc plus doux pour la peau.

Le diagramme de saponification dans lequel on peut trouver la liste de corps gras avec l'indice de saponification suivi de la quantité d'hydroxyde de potassium nécessaire pour saponifier 1 kg de corps gras, puis de celle de l'hydroxyde de sodium est présenté ci-dessous. La dernière colonne permet de simplifier le calcul. Elle permet d'obtenir la quantité de soude nécessaire pour réaliser la saponification en multipliant tout simplement le poids de l'huile par la valeur lui correspondant.

Corps gras	Indice de saponification	KOH pour 1 kgde corps gras	KOH	NaOH pour 1 kgde corps gras	NaOH
Abricot	195	195	0,195	139	0,139
Amandes douces	195	195	0,195	139	0,139
Arachide	192	192	0,192	137	0,137
Argan	191	191	0,191	136	0,136
Avocat	186	186	0,186	133	0,133
Babassu	245	245	0,245	175	0,175
Boabab	200	200	0,200	143	0,143
Bourraches	190	190	0,190	135	0,135

4. Eau

L'eau est le milieu dans lequel se fait la réaction entre le corps gras et la lessive. La saponification nécessite l'emploi de l'eau douce (eau de pluie). L'eau dure contient des ions calcium et des ions magnésium qui neutralisent les agents détergents du savon et qui auraient pour effet de le rendre beaucoup moins efficace.

La quantité d'eau doit représenter environ 37% de la quantité totale d'huile. C'est elle qui détermine le temps de séchage nécessaire. Il est évidemment plus long si on utilise une plus grande quantité d'eau ; de même, ce temps très court si on utilise moins d'eau, mais cela risque aussi de fragiliser le savon et d'obtenir une mauvaise saponification.

Il faut verser la soude avec beaucoup de précautions dans l'eau froide (jamais chaude car la température du mélange dépasserait celle du niveau d'ébullition). Il est strictement interdit de verser un liquide sur la lessive, mais la lessive sur un liquide, car cela peut provoquer des projections de liquide extrêmement caustiques qui, au contact avec la peau, peuvent provoquer de graves brûlures. Il est donc indispensable de se protéger efficacement en se munissant de gants en caoutchouc, de lunettes de protection et d'un masque (ou un foulard) pour éviter de respirer les vapeurs toxiques qui pourraient se dégager lorsque la soude entre en contact avec l'eau. Il est vivement conseillé de travailler dans un lieu bien aéré loin des enfants et des animaux domestiques.

En définitive, le savon est un **tensioactif**. Les propriétés détergentes des molécules de **savon** (carboxylate de sodium de formule RCO_2Na ou carboxylate de potassium de formule RCO_2K) sont dues à leur **amphiphilie**. La molécule de savon se présente sous la forme d'une longue chaîne d'atomes dont une extrémité, polarisée négativement, est **hydrophile** tandis que l'autre extrémité est **lipophile**. Plus simplement, cette dernière extrémité **lipophile** se fixe donc facilement sur les **graisses** (lipophiles), l'autre (**hydrophile**) restant en contact avec **l'eau** de rinçage (hydrophile).

Lors de la toilette, le savon dissout la graisse constituant le **film hydrolipidique** qui recouvre la peau (le sébum). La graisse est entraînée dans l'eau avec les saletés qu'elle contient. L'inconvénient est que le film hydrolipidique sert à protéger la peau et à retenir son eau.

Le savonnage ou tout lavage à l'aide de produits comportant des tensioactifs, parexemple les gels pour la douche ou les lessives, fragilise donc la peau, jusqu'à ce que le film hydrolipidique se reconstitue (au bout de quelques heures).

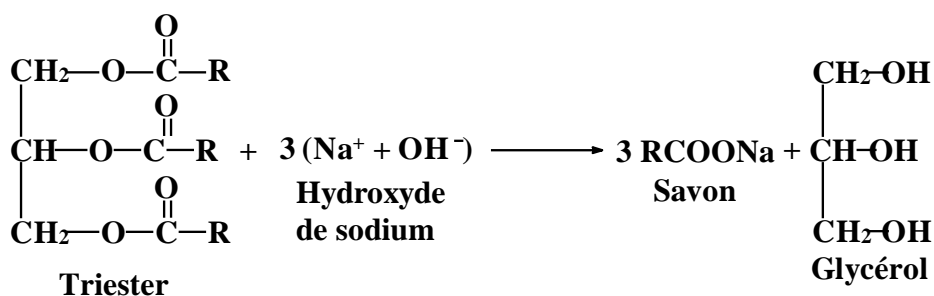
Le savon est basique (ou alcalin). Son **pH** est proche de 11 pour le Marseille traditionnel et de **7 pour le nôtre**. Lors de la toilette, il perturbe l'acidité de la peau (dont le pH est proche de 5).

- Dans une eau dure, les molécules du savon réagissent avec les ions calcium et forment des dépôts de sels de calcium ; ainsi, on aura besoin d'une plus grande quantité de savon pour nettoyer les vêtements. Pour éviter ces inconvénients, on ajoute aujourd'hui aux savons des agents anticalcaires comme l'EDTA.
- Le savon est donc constitué principalement de **carboxylates de sodium ou de potassium** (qui sont les molécules de savon), d'**eau** et de **glycérol** (ou glycérine). La glycérine, issue de la saponification, apporte des propriétés hydratantes au savon.
- Un savon **surgras** est un savon enrichi en agents surgraissants, par exemple des huiles végétales. La présence d'huiles limite le dessèchement de la peau dû au savon qui enlève le film gras (film hydrolipidique) recouvrant naturellement la peau.

- Le savon noir ou savon mou est obtenu à partir d'huile végétale (huile de lin par exemple) et de potasse. On le trouve dans les magasins de bricolage et il est destiné aux tâches ménagères.
- Le « savon sans savon » (terme absurde), ne contient pas de molécules de savon. Appelé aussi pain dermatologique ou syndet (pour synthétique détergent), il est à base de tensioactifs synthétiques. Son pH est proche de celui de la peau.

L'huile de palme, comme tous les autres corps gras extraits des végétaux et des animaux, est constituée d'un mélange de triesters de glycérol (glycérine) et d'acides variés. **Dans cette manipulation on considèrera que cette huile contient en majorité les esters d'acide laurique (acide saturé) à 65% et d'acide oléique (acide insaturé) à 35%.**

La saponification est une hydrolyse basique dont l'équation-bilan de la réaction est la suivante :



N.B. : Le savon ainsi obtenu est un mélange de sels d'acide gras.

5. Mode opératoire de la synthèse du savon

5.1. Synthèse du savon

- Introduire dans un ballon de 100 mL muni d'un réfrigérant, 5 g d'huile de palme raffinée. Ajouter 3 mL d'alcool éthylique et 6 mL de soude 6 N.
- Chauffer le mélange en agitant continuellement pendant 1 heure à une température comprise entre 80° et 90° C.
- En fin de réaction, refroidir le milieu réactionnel et y introduire 40 mL d'une solution saturée de chlorure de sodium dans l'eau.
- Filtrer.
- Laver le précipité avec l'eau froide.

5.2. Obtention de la glycérine

Le filtrat précédent est constitué de glycérine, des ions OH⁻, Na⁺ et d'éthanol. Pour obtenir la glycérine on procède de la manière suivante :

- Ajouter 30 mL d'éther ou de dichlorométhane au filtrat contenu dans une ampoule à décanter.
- Extraire la phase organique. Puis renouveler cette expérience trois fois. Évaporer l'éther ou le dichlorométhane et l'éthanol.
- Il reste un fluide incolore qui est la glycérine.

5.3. Étude du savon

Dissoudre un minimum de savon dans 10 mL d'eau chaude puis introduire dans trois flacons pour effectuer les essais suivants :

- Dans le premier flacon, ajouter quelques gouttes d'une solution de chlorure de fer III qui contient un ion métallique lourd puis observer le précipité
- Dans un bécher, introduire un peu d'eau et quelques gouttes d'huile. Agiter et dire ce que l'on observe. Verser ensuite le contenu du deuxième flacon, agiter le mélange et dire ce que l'on observe.
- Dans le troisième flacon, introduire quelques gouttes d'acide sulfurique concentré puis dire ce que l'on observe.

5.4. Étude de la glycérine

Prendre deux gouttes de la glycérine obtenue et les mettre sur la pomme de main puis frotter. Que constate-t-on?

MANIPULATION N° 6 : OXYDATION DU MENTHOL EN MENTHONE

Introduction

Le menthol est un composé organique covalent obtenu soit par la synthèse, soit par extraction de l'huile essentielle de menthe poivrée ou d'autres huiles essentielles de menthe. Le stéréoisomère le plus courant du menthol est le (-) menthol, de configuration (1R, 2S, 5R). Il appartient à la famille des monoterpènes. A température ambiante (20 à 25°C), le menthol est un solide blanc cireux. Il fond lorsque l'on augmente légèrement la température. Le menthol a des propriétés anti-inflammatoires et antivirales. Il est d'ailleurs utilisé pour soulager les irritations mineures de la gorge. Il est également un anesthésique local.

1. Propriétés du menthol et de la menthone

Le menthol réagit souvent de la même façon qu'un alcool secondaire normal. Il est oxydé en menthone en réduisant des agents tels que l'acide chromique, bien que dans certaines conditions l'oxydation puisse aller plus loin et casser le cycle. Le menthol est facilement déshydraté par l'action de 2% d'acide sulfurique pour donner principalement le 3- menthène.

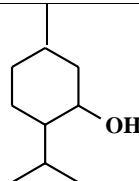
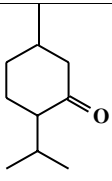
La capacité du menthol à déclencher chimiquement les récepteurs sensibles au froid dans la peau est due à la sensation de refroidissement bien connue qu'elle provoque une fois absorbée. Dans ce sens, il est semblable à la capsaïcine, l'espèce chimique responsable de la sensation épicée des piments.

La menthone est un des constituants de certaines espèces de menthe dont la menthe poivrée « *Mentha piperita* ». Cette plante est cultivée en France, en Italie, en Angleterre et aux Etats-Unis. Son odeur et sa saveur fraîche, analogues à celles de la menthe, en font un arôme très utilisé dans les produits alimentaires. Il est possible par hydrodistillation d'extraire la menthone de la menthe poivrée, mais elle ne représente que 10% de l'huile essentielle ; en revanche, cette huile contient 50% de menthol. La menthone peut alors être préparée à partir du menthol, par oxydation ménagée par l'ion dichromate en milieu acide.

Données :

La menthone et le menthol appartiennent au couple oxydant/réducteur : $C_9H_{18}CO/C_9H_{18}CHOH$. L'ion dichromate CrO_4^{2-} (aq) appartient au couple CrO_4^{2-}/Cr^{3+} .

L'hexane est un solvant organique, non miscible à l'eau, de densité 0,7 et de température d'ébullition 68,7°C.

	Menthol	Menthone
Formule brute	$C_9H_{18}CHOH$	$C_9H_{18}CO$
Couleur	Blanc	Incolore
Masse molaire (g/mol)	156	154
Température ébullition °C	215	209
Température de fusion °C	43	-6,5
Formule semi développée		

2. Mode opératoire

2.1. Oxydation du menthol

- Dans un ballon de 100 mL, introduire 1,56 g de menthol et y ajouter successivement 10 mL de solution de dichromate de potassium de concentration $0,80 \text{ mol.L}^{-1}$, 3 mL d'acide sulfurique concentré à 20 %.
- Procéder au chauffage du mélange en veillant à ce que la température du milieu réactionnel soit de l'ordre de 60°C pendant 35 minutes.
- Puis ajouter quelques millilitres d'éthanol pour détruire l'excédent d'oxydant.

2.2. Séparation

- Après refroidissement, transvaser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter et y ajouter de l'hexane. Deux phases se séparent : une phase aqueuse et une phase organique.
- Recueillir la phase organique dans un ballon et procéder ensuite à sa distillation fractionnée.
- Arrêter la distillation lorsque le thermomètre en haut de la colonne indique 110°C . On recueille dans le ballon composé liquide qui peut se solidifier. Dans la pratique on chauffe simplement la phase organique pour faire disparaître le solvant.

2.3. Identification

Pour vérifier que le menthol s'est oxydé en menthone, on réalise une chromatographie sur couche mince avec la phase organique de manipulation et le menthol de départ. L'éluant est un mélange constitué de chloroforme et d'hexane dans les proportions volumiques 75:25. Les taches étant incolores, la révélation se fait en présence de vapeurs de diode.

2.4. Test au DNPH

- Prendre trois flacons propres.
- Introduire respectivement deux gouttes de la phase organique dans le premier flacon, deux gouttes de solution de menthol dans le deuxième flacon et deux gouttes d'acétone dans le troisième flacon.
- Ajouter quelques gouttes de solution de DNPH puis chauffer légèrement les trois flacons. Si la coloration ne change pas, laisser reposer la solution puis noter l'aspect des trois tubes.

MANIPULATION N° 7: EXTRACTION DE L'EUGENOL DU CLOU DE GIROFLE

Introduction



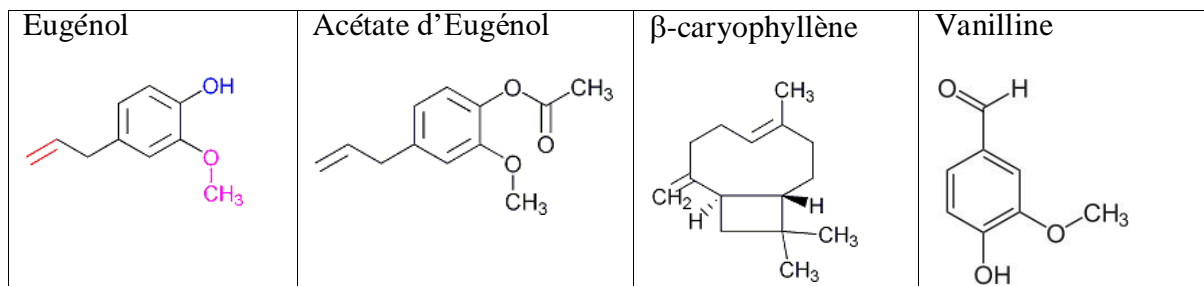
Le giroflier, *eugenia caryophyllata* (nom donné par Pline, du grec *pyllon* : feuille et *karyon* : noyau, noix) est un bel arbre de 12 à 15 m de haut, de la famille des *myrtacées*, à feuillage persistant, exigeant un climat doux et humide.

Les clous de girofle, *pimenta dioica*, sont les bourgeons non éclos et séchés du giroflier ; ce sont parmi les plus anciennes épices et drogues décrites dans l'Histoire. Le clou de girofle est connu en Chine au III^{ème} siècle avant notre ère, en Europe seulement au XII^{ème} siècle, mais peu consommé en raison de son prix élevé ; la consommation se généralise au XVI^{ème} siècle.

Ce sont les portugais qui, parvenus au pays du girofle, l'ont expédié par cargaisons à Lisbonne. En 1605, les hollandais prennent possession des Moluques (Indonésie) et ont le monopole commercial.

Sous Louis XV, Pierre Poivre réussit à se procurer des pieds de girofliers et de muscadiers et les introduit en France et aux îles Bourbon (aujourd'hui La Réunion et Maurice). Les deux grands pays exploitants sont la République malgache et la Tanzanie.

De nos jours, ils sont utilisés principalement comme épice. En Indonésie, ce produit est largement consommé dans le tabac (cigarettes Kretek : 60 % de tabac, 40 % de girofle). L'huile essentielle des clous de girofle contient principalement de l'eugénol (de 75 à 85 %), de l'acétate d'eugénol (de 4 à 10 %), du β -caryophyllène (de 7 à 10 %) et de faibles quantités d'autres produits (dont un peu de vanilline).



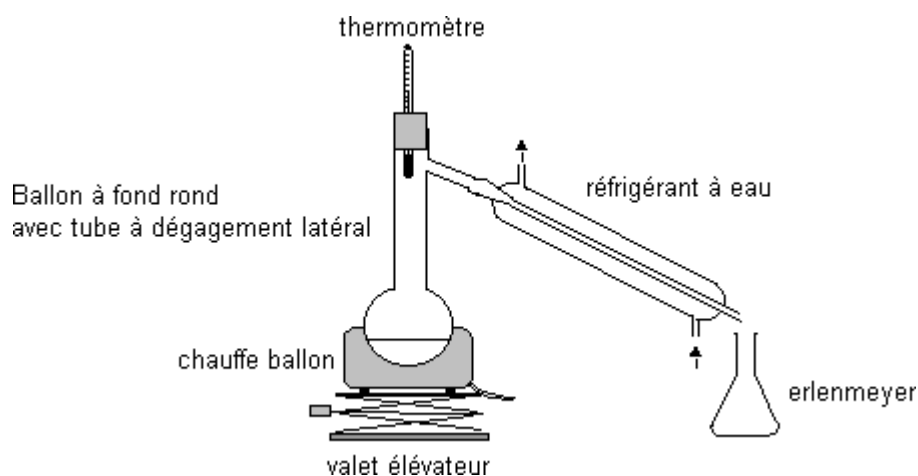
2.Principe de l'hydrodistillation

Données Physico-chimiques :

	Eau	Eau saléesaturée	Cyclohexane	Dichlorométhane	Eugénol
Densité	1	1,1	0,78	1,33	1,05
Température d'ébullition	100°C	<100°C	81°C	40°C	254°C
Solubilité dans l'eau	nulle	Nulle	faible		
Solubilité dans l'eau salée	nulle	Nulle	très faible		
Solubilité dans le cyclohexane	nulle	Nulle	Nulle	très grande	
Solubilité dans le dichlorométhane	nulle	Nulle	Nulle	très grande	

Sous l'effet de la chaleur et de l'eau, les cellules végétales libèrent l'huile essentielle de clou de girofle qui est entraînée par la vapeur d'eau vers le réfrigérant. Il y a alors condensation de la vapeur et on peut recueillir un liquide appelé **distillat**.

Montage expérimental :



On porte un mélange d'eau et de plante à ébullition : les substances odorantes (contenant l'extrait) se vaporisent en se mélangeant avec de la vapeur d'eau. Puis, on condense les

vapeurs pour récupérer le distillat constitué d'une phase aqueuse (légèrement parfumée), *l'hydrolat*, et d'une phase organique contenant *l'extrait* (très parfumé, également appelé *essence* ou *huile essentielle*).

Pour isoler l'extrait, on réalise ensuite une extraction liquide-liquide.

3. Protocole expérimental

- Peser dans une capsule 5,0 g de clous de girofle broyés.
- Les placer dans le ballon de 250 mL, à l'aide de l'entonnoir.
- Ajouter 100 mL d'eau distillée et 2 grains de pierre ponce.
- Positionner le ballon sur le montage d'hydrodistillation (vérifier le graissage du rodage).
- Alimenter le réfrigérant en eau.
- Faire chauffer à ébullition douce.
- Arrêter le chauffage lorsque le volume de distillat est voisin de 30 à 40 mL et récupérer le distillat.

4. Extraction

- Peser 3,0 g de chlorure de sodium (ou sel).
- Verser le distillat dans un bécher et ajouter le chlorure de sodium.
- Agiter à l'aide d'un agitateur de verre.

Cette opération s'appelle le **relargage**.

Le **distillat** ainsi obtenu ne permet pas la récupération de l'extrait par simple décantation : il faut employer un solvant organique pour l'extraire du mélange. Cette seconde étape d'extraction est appelée **extraction liquide-liquide**.

- Verser le contenu du bécher dans une ampoule à décanter.
- Ajouter 10 mL de cyclohexane. GANT + LUNETTES
- Agiter, puis dégazer.
- Laisser décanter.
- Récupérer la phase contenant l'extrait puis la sécher en ajoutant une spatule de sulfate de magnésium anhydre.
- Réaliser une filtration afin de récupérer le filtrat.