

Synthèses d'intermédiaires organique pour les molécules bioactives



DR. MAANANI DJAMILA

UNIVERSITE MOHAMED
KHIDER_BISKRA

FACULTE DES SCIENCES
EXACTES ET DES
SCIENCES DE LA NATURE

DEPARTEMENT DES
SCIENCES DE LA MATIERE

EMAIL : djamila.
maanani@univ-biskra-dz

5.0

Table des matières

Objectifs	3
I - Thème 2 : Synthèse de l'acide adipique	4
1. Introduction	4
2. La synthèse de l'acide Adipique	5
3. La purification de produit final par recristallisation	7
4. Mesurer le taux de pureté de produit final	7
Glossaire	9
Abréviations	10
Références	11

Objectifs

1. **Réaliser** la synthèse de l'acide adipique en utilisant un montage de chauffage à reflux.
2. **Purifier** les produits synthétisés par recristallisation.
3. **Analyser** les produits de la synthèse.

I Thème 2 : Synthèse de l'acide adipique

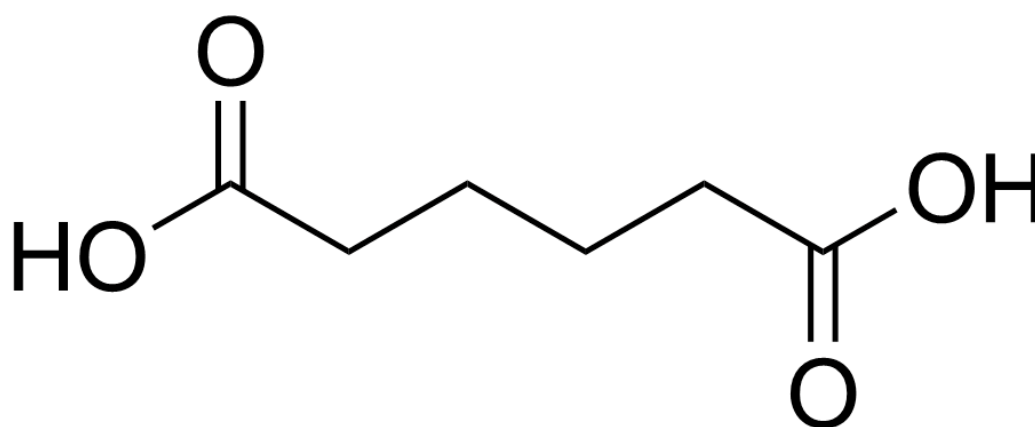
1. Introduction

Définition : L'acide Adipique

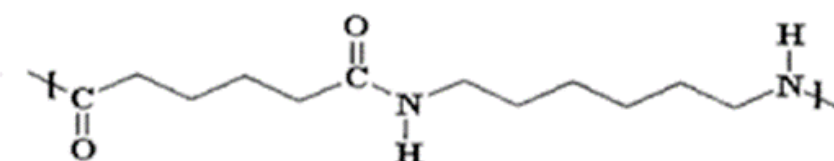
L'**acide adipique** (Figure : **Acide Adipique**), également appelé **acide hexanedioïque** ou **acide 1,4-butanedicarboxylique**, a la formule chimique **$C_6H_{10}O_4$** et une masse molaire de **146,14 g/mol**. Il revêt une importance significative en tant qu'acide dicarboxylique aliphatique largement utilisé.

Bien que sa présence dans la nature soit limitée, elle est globalement synthétisée à grande échelle. L'application principale de ce composé est dans la production de **polyamide nylon-6,6**.

Depuis lors, la fabrication de la fibre polyamide nylon- 6,6 est devenue un processus dominant dans l'industrie des fibres synthétiques à l'échelle mondiale. L'acide adipique est obtenu sous forme de **cristaux incolores et inodores** au goût acide caractéristique. Il démontre une solubilité élevée dans le **méthanol** et **l'éthanol**, et il est également soluble dans **l'eau** et **l'acétone** (Tableau : **tableau récapitule les propriétés des produits**).



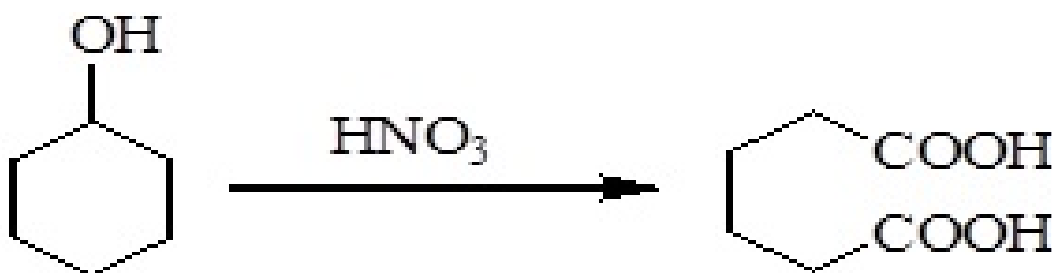
Acide adipique



Nylon 6-6

La réaction globale de la formation de l'acide Adipique

L'oxydation de cyclohexanol par l'acide nitrique, conduit à une coproduction d'acide adipique et de protoxyde d'azote gazeux (N₂O). (Figure : réaction acide adipique), les alcools secondaires cycliques sont oxydés en cétones qui s'oxydent à leur tour avec rupture de la chaîne carbonée. L'oxydation de la cétone s'effectue par l'intermédiaire de la forme tautomère émol. L'oxydation du cyclohexanol par l'acide nitrique, permet la synthèse de l'acide hexane-1,6-dioïque encore appelé **acide adipique**.



réaction acide adipique

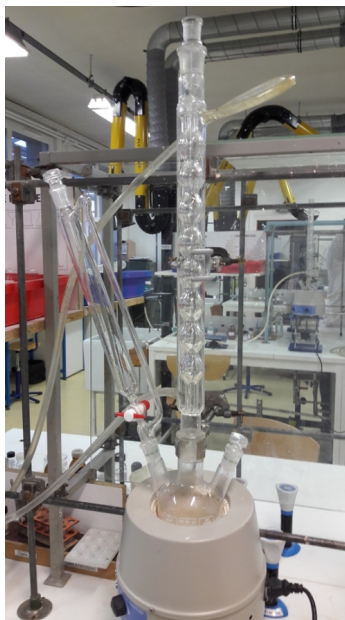
produits	masse molaire (g/mol)	masse volumique (g/cm ³)
Cyclohexanol	100.158	0.96
acide nitrique	63.01	1.51
acide adipique	146.14	1.36
protoxyde d'azote gazeux (N ₂ O)	44.01	1.23

tableau récapitule les propriétés des produits

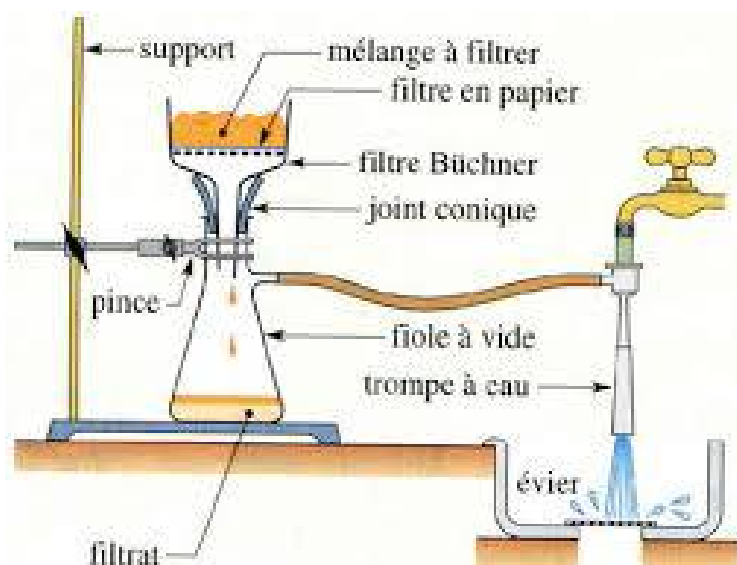
2. La synthèse de l'acide Adipique

⚙️ Méthode

- Dans un ballon tricol, muni d'une agitation, d'un réfrigérant très puissant et d'une ampoule à brome (**Figure : Montage à reflux avec ampoule à brome**), contenant déjà 10 g de cyclohexanol ; introduire 40 ml d'acide nitrique concentré. Placer **le montage** sous une hotte aspirante. Porter **à reflux** modéré.
- Couler, goutte à goutte le cyclohexanol, sous vive agitation, par **l'ampoule à brome**. L'opération doit durer environ 10 mn.
- Maintenir encore **5 mn** à **l'ébullition** après la fin de l'ajout de cyclohexanol.
- **Refroidir** jusqu'à une température inférieure **à 5 °C**. l'acide adipique précipite.
- **Filtrer sur Buchner (filtration sous vide)** ^{*} et laver le solide avec l'eau froide (**Figure : Filtration sous vide**).
- **Sécher**.



montage a reflux avec ampoule a brome



filtration sous vide

Une réaction d'oxydoréduction ou réaction **rédox**^{*} est une réaction chimique au cours de laquelle se produit transfert d'électrons. Elle consiste en une réaction oxydante couplée à une réaction réductrice. L'espèce chimique qui capte les électrons est l'oxydant et celle qui les cède, le réducteur. La réaction est caractérisée par une variation du nombre d'oxydation (n.o.) de chacune des espèces en jeu.

Dans une réaction d'oxydoréduction, l'élément qui cède un ou des électron(s) est appelé « réducteur » et l'élément qui capte un ou des électron(s) est appelé « oxydant ». Le « couple oxydant-réducteur » (aussi appelé « couple **redox** ») se compose de l'oxydant et du réducteur conjugué (l'oxydant réduit). Il est toujours noté sous la forme : « oxydant / réducteur ».

Les demi-équations électroniques des couples mis en jeu dans cette réaction [1]^{*} :

1. demi-réaction d'oxydation (**Figure : réaction d'oxydation**) :

La réaction d'oxydation est notée Réd ($C_6H_{12}O$) = Ox ($C_6H_{10}O_4$) + $8e^-$, Réd étant le réducteur (cyclohexanol) et Ox l'oxydant (acide adipique) de la réaction.

L'oxydation est une **demi-équation de l'oxydoréduction**.

2. demi-réaction de réduction (**Figure : réaction de réduction**) :

La réaction de réduction est notée Ox (acide nitrique) + 8 e⁻ = Réd (protoxyde d'azote), Réd étant le réducteur et Ox l'oxydant de la réaction).

La réduction est une **demi-équation de l'oxydoréduction**.



reaction d'oxydation



reaction de reduction

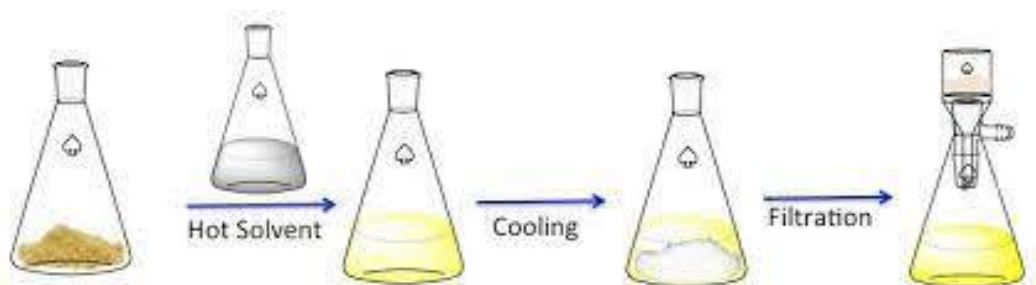
🗨 **Conseil**

La production d'acide adipique, avec celle de l'acide nitrique est la première source d'émission de protoxyde d'azote (N₂O) par l'industrie dans le monde. Ce N₂O gaz est à la fois un gaz à effet de serre qui contribue au réchauffement du climat et un gaz dont l'émission anthropique est co-responsable de la destruction de la couche d'ozone. **pour cela il faut prendre les mesure de sécurité par porter une bavette lors de manipulation.**

3. La purification de produit final par recristallisation

La recristallisation de Produit

Afin de purifier l'acide adipique (**Figure : recristallisation de l'acide Adipique**), on l'a **recristallisé** dans un solvant **d'eau**, on l'a porté à l'**ébullition** en agitant à l'aide d'une tige de verre, après la dissolution complète, on l'a porté directement dans un cristallisateur rempli **à l'eau glacée** à précipiter. En utilisant la **filtration sous vide**, on a récupéré l'acide adipique pur. [2]

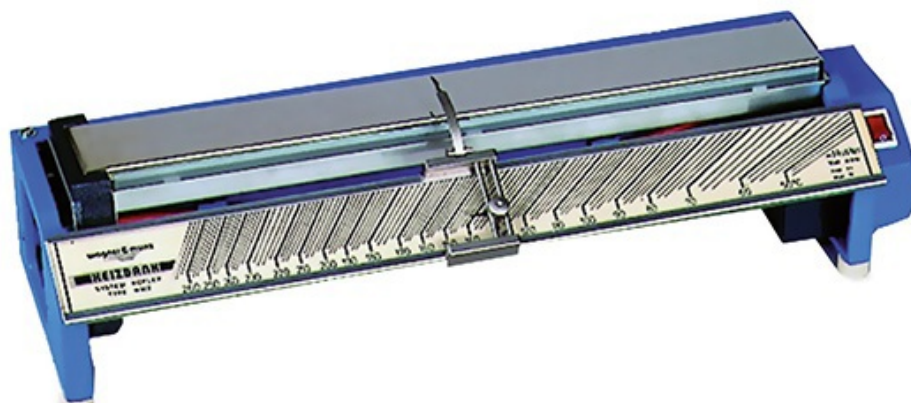


recristallisation de l'acide adipique

4. Mesurer le taux de pureté de produit final

⚙ **Méthode : Par banc kofler**

Pour assurer de la pureté de notre acide adipique obtenue, on a utilisé banc kofler (**Figure : Banc kofler**), celui-ci qui nous a donné une température de fusion d'acide adipique égale plus ou moins 151 °C, en comparant devant celle théorique qui égale 152 °C, on peut dire que notre produit est presque purifié.



Banc kofler

Glossaire

filtration sous vide

L'eau en s'écoulant dans la trompe à eau aspire l'air contenu dans le flacon de garde et dans la fiole à vide.

Abréviations

Rédox : réaction d'oxydoréduction

Références

1

Hubert H. Girault, Électrochimie physique et analytique, PPUR presses polytechniques, 2007 (ISBN 978-2-88074-673-5, p. 60.

2

Carl L. Yaws, Handbook of Thermodynamic Diagrams, vol. 2, Huston, Texas, Gulf Pub. Co., 1996 (ISBN 0-88415-858-6).