travaux pratique en synthèse organique

Octobre 2023
Master 1 Chimie organique

Dr. ZERROUKI Sara

maître assistante classe B

faculté des sciences

département de chimie

Université Mohamed BOUDIAF M'sila

sara.zerrouki@univ-M'sila.dz

1.0

Table des matières

Objectifs 3

I - **TP 2: Synthèse d'une coumarine (réaction de Pechmann)** 4

1. objectif 4

2. Partie théorique 4

3. protocole expérimentale 5

Objectifs

L'objectif de la synthèse organique est :

- connaissance des concepts théoriques appris en classe dans un contexte concret. Pour une meilleure compréhension des principes fondamentaux
- comprendre les mécanismes de réaction et de manipuler les conditions expérimentales pour obtenir le produit souhaité de manière efficace et pure.
- Application des compétences en planification expérimentale.
- analyse et interprétation des résultats obtenus aprés la synthèse des produits.

Ce cour commence par une introduction générale suivie de deux chapitres répartis comme suit: le premier chapitre présent la synthèse de l'acide benzoïque. et le deuxième chapitre concernant les étape de synthèse d'une coumarine (7-hydroxy-4-méthyl coumarine).

TP 2: Synthèse d'une coumarine (réaction de Pechmann)

I

1. objectif

L'objectif d'un TP (travaux pratiques) visant à synthétiser une coumarine spécifique comme la 7-hydroxy-4-méthylcoumarine est :

- Le TP offre une occasion d'explorer et de comprendre en profondeur la réaction de Pechmann, qui est une méthode courante pour la synthèse des coumarines.
- Les étudiants acquièrent de l'expérience pratique dans la manipulation de réactifs, la mise en place d'une réaction sous reflux, la purification du produit et l'analyse des résultats
- Les étudiants appliquent les concepts théoriques appris en cours de chimie organique, tels que les mécanismes de réaction, la stéréochimie et la régiosélectivité, à un scénario réel de synthèse.
- Les étudiants apprennent à caractériser le produit de leur synthèse à l'aide de techniques analytiques telles que la spectroscopie RMN et la spectroscopie de masse, renforçant ainsi leurs compétences en analyse spectral

2. Partie théorique

Définition

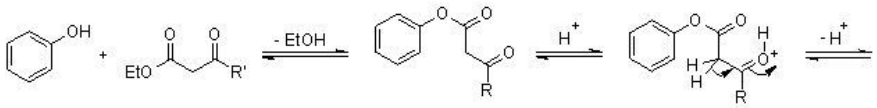
Les dérivés de la coumarine sont des composés ayant des propriétés anticoagulantes. Il est utilisé commercialement comme colorant laser et comme matière première pour la production de l'insecticide « hymécromone ».

[cf. Kawther A. Alheety et al /J. Pharm. Sci. & Res. Vol. 11(9), 2019, 3344-3347]

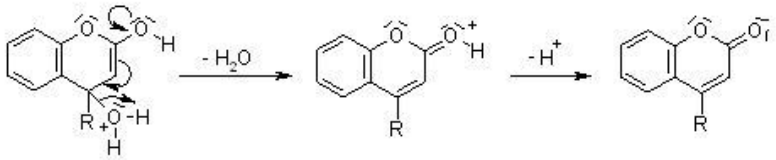
Méthode

La synthèse générale des coumarines implique **l'interaction d'un phénol avec un β-cétoester** en présence d'un agent de condensation acide (**réaction de Pechmann**). L'acide sulfurique concentré est généralement utilisé comme agent de condensation pour les phénols monohydriques simples et les β-cétoesters, bien que le phénol lui-même réagisse mieux en présence de chlorure d'aluminium. On pense que le mécanisme de la réaction implique la formation initiale d'un β-hydroxy ester, qui se cyclise et se déshydrate ensuite pour donner la coumarine. Les phénols polyhydriques, en particulier ici les deux groupes hydroxyle sont orientés méta, réagissent avec une grande facilité et l'acide sulfurique, est utilisé comme agent de condensation avec un contrôle minutieux de la température pour assurer un bon rendement.

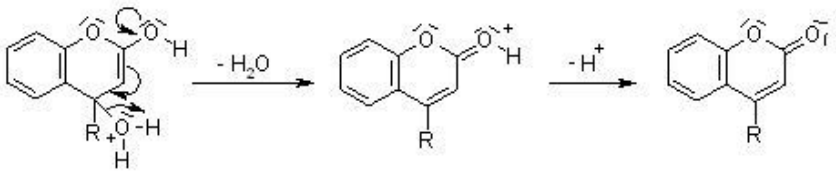
la synthèse se fait selon la méthode ci dessous



étape1



étape2



3. protocole expérimentale

Méthode : préparation

- Prélever 10 mL d'acide sulfurique concentré dans un ballon tricol de 250 mL muni d'un thermomètre, d'un agitateur mécanique et d'une ampoule à brome. Plonger le ballon dans un bain de glace.
- Lorsque la température descend en dessous de 10 °C, ajouter une solution de 1 g (9,1 mmol) de résorcino dans 1,34 g (1,30 ml, 10,3 mmol) d'acétoacétate d'éthyle redistillé goutte à goutte et sous agitation.
- Maintenir la température en dessous de 10 °C au moyen d'un bain glace-sel pendant l'addition.
- Maintenir le mélange à température ambiante pendant qlqs heures puis le verser dans un mélange de 20 g de glace pilée sous forte agitation et 30 mL d'eau.
- Recueillir le précipité par filtration sous vide et le laver avec trois portions de 10 ml d'eau froide.
- Dissoudre le solide dans 15 mL d'une solution d'hydroxyde de sodium à 5 %, filtrer et ajouter de l'acide sulfurique dilué 2 M (environ 5,5 mL) sous agitation vigoureuse jusqu'à ce que la solution soit acide.
- Filtrer la 4-méthyl-7-hydroxycoumarine brute à la pompe, laver avec quatre portions de 10 mLd'eau froide et sécher à 100 °C. Recristalliser dans de l'éthanol à 95 %.

Cf. "synthèse de 7-hydroxy-4-methylcoumarin"