



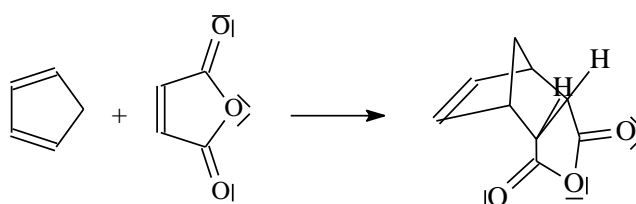
## Réaction de Diels-Alder

Reflux + Séchage à l'étuve + Recristallisation + Température de fusion + CCM

La blouse et les lunettes de protection seront portées pendant toute la durée de la séance.

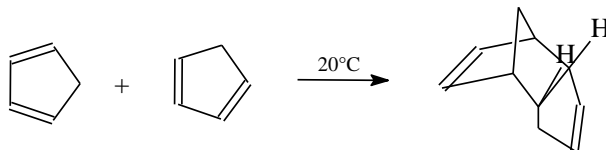
### 1. Présentation de la séance

La transformation de Diels-Alder réalisée durant ce TP est modélisée par l'équation de réaction suivante :



Cyclopentadiène Anhydride maléique

Les bouteilles de cyclopentadiène commercial contiennent en réalité son dimère. Celui-ci se forme spontanément, également par réaction de Diels-Alder :



Avant la synthèse de ce jour, il est nécessaire de régénérer le cyclopentadiène par chauffage (le sens inverse est endothermique, donc favorisé à haute température). Le cyclopentadiène est récupéré par distillation fractionnée.

Le cyclopentadiène fraîchement distillé est conservé dans la glace sous la hotte.

Phrases de sécurité associées aux substances utilisées dans ce TP :

Cyclopentadiène		<p>Liquide et vapeurs inflammables. Nocif en cas d'ingestion. Provoque une irritation cutanée et une sévère irritation des yeux. Mortel par inhalation. Peut irriter les voies respiratoires. Toxique pour les organismes aquatiques, entraîne des effets néfastes à long terme <b>Ne pas respirer les vapeurs.</b> <b>Éviter le rejet dans l'environnement.</b> <i>EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX : rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer. Appeler immédiatement un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin.</i></p>
-----------------	--	---

Anhydride maléïque		Nocif en cas d'ingestion. Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves. Peut provoquer une allergie cutanée et des difficultés respiratoires par inhalation. <b>Éviter de respirer les poussières. Porter des gants et des lunettes.</b> <i>EN CAS DE CONTACT AVEC LA PEAU (ou les cheveux) : rincer</i> <i>EN CAS D'INHALATION : transporter la personne à l'extérieur et la maintenir dans une position où elle peut confortablement respirer.</i> <i>Appeler immédiatement un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin.</i> <i>EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX : rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées.</i> <i>Continuer à rincer.</i>
Acétate d'éthyle		Liquide et vapeurs très inflammables. Provoque une sévère irritation des yeux. Peut provoquer somnolence ou vertiges. <i>Tenir à l'écart des surfaces chaudes et de toute source d'inflammation. Eviter de respirer els vapeurs.</i> <i>Porter un équipement de protection des yeux.</i> <i>EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX : rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes.</i>
Ether de pétrole		Liquide et vapeurs très inflammables. Provoque une sévère irritation des yeux. Peut provoquer somnolence ou vertiges. <i>Tenir à l'écart des surfaces chaudes et de toute source d'inflammation. Eviter de respirer els vapeurs.</i> <i>Porter un équipement de protection des yeux.</i> <i>EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX : rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes.</i>

## 2. Attentes concernant le compte-rendu

- Justifier les proportions dans lesquelles ont été introduits les composés (expl : pourquoi introduire un excès de telle espèce ?)
- Présenter la démarche du TP sous forme d'organigramme.
- Déterminer le rendement de votre synthèse.
- Analyser la pureté finale du produit synthétisé.



### Les bons réflexes en synthèse organique

- Identifier les réactifs en excès, et éventuellement le catalyseur et le solvant. Ces composés devront être séparés en fin de synthèse du produit désiré.
- Réfléchir à la verrerie à utiliser pour faire les prélèvements (quel degré de précision ?)
- Repérer les temps-morts propices à la rédaction du compte-rendu et à la préparation de la paillasse pour les étapes suivantes.
- Préparer le calcul du rendement (en fin de TP, on n'a pas toujours le temps d'effectuer ce calcul. Si la formule est prête, c'est instantané !)
- Ranger la paillasse régulièrement pour faciliter votre travail.
- Noter vos observations en cours de synthèse (température, changement de couleur, aspect, etc...) afin de pouvoir les indiquer au jury lors des phases d'échange.

### 3. Critère d'évaluation du TP

	Acquis	Non-acquis
<b>S'approprier</b> (l'énoncé) : bonne lecture des consignes, utilisation des données		
<b>Analyser</b> : l'objectif de chacune des manipulations est explicité.		
<b>Réaliser</b> : le protocole des manipulations est suivi, les gestes techniques sont correctement réalisés, les résultats des mesures sont inclus dans le CR.		
<b>Exploiter</b> : l'exploitation des résultats est détaillée avec rigueur (les formules utilisées sont rappelées ; les courbes éventuelles sont jointes au compte-rendu, munie de leur titre, légende ... ; les calculs détaillés ; les résultats sont présentés si possible avec leur incertitude à 95%)		
<b>Valider</b> : les résultats sont commentés et comparés à des grandeurs tabulées.		
<b>Communiquer</b> : expression claire à l'oral ; le CR est soigné, bien présenté et rédigé de façon à être compris par un lecteur avisé.		

### 4. Manipulation



En complément des fiches techniques du cahier de TP, sur le site internet :

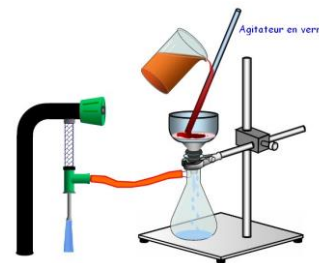
- CCM
- Point de fusion
- Recristallisation

- Dans un erlenmeyer à col rodé, introduire un barreau aimanté, 6,0 g d'anhydride maléique, puis ajouter 20 mL d'acétate d'éthyle et adapter un réfrigérant. Agiter afin de dissoudre l'anhydride maléique, un bain-marie d'eau chaude (prélevée au robinet) permet **éventuellement** d'accélérer la dissolution.
- Lorsque tout le solide a été dissous, ajouter 20 mL d'éther de pétrole par le haut du réfrigérant, et refroidir le milieu réactionnel dans un bain eau-glace.
- Ajouter à la solution froide, 6 mL de cyclopentadiène prélevés au dernier moment.
- Agiter le mélange réactionnel toujours refroidi par le bain de glace pendant 20 minutes.
- Adapter sur l'erlenmeyer le réfrigérant, chauffer au bain-marie jusqu'à dissoudre complètement le solide.
- Arrêter le chauffage et attendre la condensation des vapeurs.
- Transvaser le contenu de l'erlenmeyer dans un petit bécher propre et sec.
- Laisser cristalliser lentement, recueillir les cristaux obtenus sur büchner.



#### Laver un solide sur Büchner

- Couper l'aspiration en détachant le tuyau de la fiole à vide.
- Introduire du solvant très froid
- Mélanger
- Remettre l'aspiration en route.



- Essorer le solide.
- Recristalliser dans l'acétate d'éthyle en utilisant le minimum de solvant (10 mL seront prélevés dans une éprouvette pour servir de stock de solvant à introduire **si nécessaire**). Lorsque le produit brut est entièrement dissous, introduire deux fois de volume d'éther de pétrole (60-80°C) et laisser cristalliser lentement.
- Laisser sécher les cristaux à l'air.

## 5. Contrôle de pureté du produit synthétisé

Comme le produit obtenu est solide, les analyses suivantes sont attendues :

- **Température de fusion.**
- **Chromatographie sur couche mince** : dépôts de solutions à 5 % en masse dans l'acétone
  - Plaque : gel de silice,
  - Eluant : Alcool isopropylique-Cyclohexane (7/5, déjà préparé)
  - Révélation : Pulvérisation par une solution de permanganate de potassium à 0,02 mol L<sup>-1</sup>.



#### Solution à « 5% en masse » :

- La masse du composé est de 5 g dans 100 g de solution (ou 0,05 g dans 1 g de solution)
- On la réalise sur balance dans un pilulier :
  - Pesée d'une masse donnée du composé, par exemple 0,10 g
  - Ajout de solvant jusqu'à ce que la masse totale soit de 2 g

## 6. En fin de séance



#### Laver le verrerie en chimie organique :

1. Laver à l'eau + savon + goupillon/éponge
2. Rincer à l'eau
3. Eliminer l'eau en faisant couler de l'acétone le long des parois.
4. Evacuer l'acétone dans un bidon « Solvants organiques non halogénés ».
5. Evaporer les gouttes d'acétone restantes grâce à l'air comprimé.

- Evacuation des liquides organiques dans la poubelle à solvants adaptée.
- La paille doit être lavée et remise comme vous l'avez trouvée en arrivant.
- Lavez-vous les mains !