

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR  
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE Dr. TAHAR MOULAY DE SAÏDA



Faculté des Sciences et Technologie  
Département de CHIMIE

## Mémoire

Pour l'obtention du diplôme de

**LISCENCE EN CHIMIE**

*(Option: Chimie Organique)*

par

**M<sup>r</sup> Laredje khalfallah**  
**M<sup>r</sup> KADECHE abdelkader**

*thème:*

**Réalisation d'une réaction de céto-lisation**

Soutenu publiquement le : 06 / 07 /2011 devant la commission d'examen:

<b>M<sup>r</sup>. M. KAID</b>	<b>M.C.B</b>	<b>Université de Saïda</b>	<b>Président</b>
<b>M<sup>r</sup>. M. ZEBIDA</b>	<b>M.A.A</b>	<b>Université de Saïda</b>	<b>Examineur</b>
<b>M<sup>me</sup>. S.MILOUDI</b>	<b>M.A.A</b>	<b>Université de Saïda</b>	<b>Examinatrice</b>
<b>M<sup>r</sup>. K.ALALI</b>	<b>M.A.A</b>	<b>Université de Saïda</b>	<b>Encadreur</b>

## **Remerciements**

On remercie vivement notre promoteur Mr.k.ALALI pour l'honneur qu'il nous a accordé pour diriger notre projet.

Nos remerciements les plus vifs sont adressés également aux membres du jury en l'occurrence Mr.KAID (président de jury), Mr.ZEBIDA (examineur) et Mme.MILOUDI (examinatrice), pour avoir accepté de juger notre travail.

On remercie toutes les personnes ayant contribué à la réalisation de ce travail.

# **Dédicace**

**Je ddédie ce mémoire :**

**A mes très chers parents et avec beaucoup**

**D'amour mes frères et sœurs « karim, Abdelkader, Mohamed,  
Othmen, youcef »**

**Et tout mes amies,**

**A mes enseignants,**

**A tout ceux qui nous avons apportés de l'aide de prés ou de loin.**

**Laredj**

# **Dédicace**

**Je ddédie ce mémoire :**

**A mes très chers parents et avec beaucoup**

**D'amour mes frères et sœurs « krimo, youcef, Mohamed, sofiane  
et**

**la petite Iness »**

**Et tout mes amies,**

**A mes enseignants,**

**A tout ceux qui nous avons apportés de l'aide de prés ou de loin.**

**Abdelkader**

## Liste des abréviations

**-IUPAC:** International United of Pure and Applied chemistry

**-IR :** Infrarouge

**-RMN :** Résonance Magnétique Nucléaire

**-  $\nu$  :** Fréquence de vibration

**-k :** Constant de raideur

**- $\mu$  :** Masse réduite

**- $\mu\text{m}$  :** micro metre

**- KJ/mol :** Kilo Joule par mole

**- $T_f$  :** Température de fusion

**- $T_{\text{éb}}$  :** Température d'ébullition

**-M :** Masse molaire

**- g/mole :** gramme par mole

**-D :** la densité

**- $\mu_1$  :** moment dipolaire

## Liste des tableaux

-Tableau 1 : les résultats de la distillation.....	13
-Tableau 2 : résultats du 3 <sup>ème</sup> essai.....	16
-Tableau 3 : résultats du 4 <sup>ème</sup> essai.....	17

## Liste des figures

Figure I-1 : Spectre électromagnétique

Figure II-1 : Montage de distillation

Figure II-2 : décanteur de Dean-Stark plus une cartouche filtrante

Figure II-3 : extracteur de soxhlet

Figure II-4: spectre IR du produit inconnu1

Figure II-5: spectre IR du produit inconnu2

Figure II-6: Spectre IR de la propanone

Figure II-7: mécanisme réactionnel

# Sommaire

## Introduction générale

## Chapitre A : Recherche Bibliographique

Introduction.....	1
A-I-1- L'acétone.....	2
A-I-1-1- Historique et propriétés.....	2
A-I-1-2- Fabrication.....	3
A-I-1-3- Utilisation.....	3
A-I-1-4- Effet sur la santé.....	4
A-I-2- le cétole.....	4
A-I-2-1- Historique et propriétés.....	4
A-I-2-2- utilisation.....	5
A-II- Techniques expérimentales.....	6
A-II-1- Les montages.....	6
A-II-2- Méthodes spectroscopiques.....	6
A-II-2-1- Introduction.....	6
A-II-2-2- Spectroscopie IR.....	7
A-II-2-2-1- Principe.....	7
A-II-2-2-2- Théorie classique des interactions vibrationnelles.....	8
A-II-3- Analyse qualitatif par voie chimique.....	9

## Chapitre B : partie expérimentale

B- Introduction.....	12
B-I- Préparation du 4-hydroxy-4-méthylpentan-2-one.....	12
B-I-1- La distillation.....	12
B-I-1-1- Mode opératoire.....	13
B-I-1-2- Essai de céto-lisation par le montage de Dean-Stark.....	14
B-I-1-3- Essai de céto-lisation par le montage avec l'extracteur de soxhlet .....	15
B-I-1-4- Essai de réaction par le montage avec l'extracteur de soxhlet avec une cartouche modifiée.....	16
B-I-1-5- Essai de réaction par le montage avec l'extracteur de soxhlet et une cartouche contenant une masse de potasse.....	16
B-II Résultats et discussions.....	16
B-II-1 Résultats des essais.....	16
B-II-2 Résultats de l'analyse des produits inconnus par IR.....	17
B-II-2-1- Mécanisme de la réaction.....	19
B-II-3- Analyse qualitative.....	20
B-II-3-1 Le Test de LUCAS.....	20
B-II-3-2 Préparation du réactif de LUCAS.....	21
B-II-3-3 Réalisation du test.....	21

# **Introduction**

## **Introduction générale**

La bonne formation est le souci de tout enseignant surtout dans les études supérieures et pratiques telle que la chimie.

Dans le cadre de développement des compétences pédagogiques et pratique des étudiants pour l'augmentation du nombre des travaux pratiques. On a choisi de réaliser une réaction de cétolisation pour deux causes :

- La disponibilité du réactif (l'acétone).
- La variété d'utilisation du produit -4hydroxy-4-méthyl pentan-2-one.

Notre mémoire est composé de deux chapitres :

- Chapitre A : consacré à une recherche bibliographique sur le réactif, le produit et les techniques expérimentales utilisées.
- Chapitre B : une étude expérimentale contenant la réalisation de la réaction et l'identification du produit.

---

# **Chapitre A**

## **Recherche Bibliographique**

---

**Introduction**

La fonction carbonyle  $\text{>C=O}$ , où un atome de carbone est relié à un atome d'oxygène par une double liaison et une fonction de chimie organique.

Les composés où le groupe carbonyle est le principal substituant sont :

- Les aldéhydes
- Les cétones<sup>1</sup>.

La différence entre aldéhydes et cétones repose sur le degré de substitution du carbone fonctionnel : les premiers, qui portent un atome d'hydrogène sur ce carbone, ont des propriétés spécifiques justifiant leur distinction avec les seconds, qui n'en possèdent pas. La nomenclature officielle de l'I.U.P.A.C. donne aux aldéhydes le nom d'alcanals et aux cétones celui d'alcanones, la chaîne principale étant celle qui porte l'atome de carbone fonctionnel et qui bénéficie de la règle du plus petit nombre<sup>2</sup>.

Dans notre travail les dérivés carbonylés utilisés sont ;

- L'Acétone (la propanone) utilisé comme réactif
- Cétol ; 4-hydroxy-4-méthylpentan-2-one comme produit de réaction

**I -1- l'acétone****I -1-1 Historique et propriétés**

L'acétone fut préparée pour la première fois en 1610 par Jean Béguin par pyrolyse de l'acétate de plomb (sel de Saturne). Après distillation, il obtint un liquide odorant facilement inflammable comme l'éthanol et le nomma esprit ardent de Saturne. Cet esprit fut utilisé comme solvant par Matte la Faveur en 1671 pour extraire les principes actifs de l'opium. Au début du XIX<sup>e</sup> siècle, Chenevix étudia la pyrolyse de plusieurs acétates métalliques. L'acétate d'argent lui donna uniquement de l'acide acétique et l'acétate de baryum lui donna uniquement de l'acétone. Cet esprit ardent fut appelé esprit pyro-acétique par Chevenix. Finalement, le nom d'acétone est adopté après sa proposition par Bussy en 1833<sup>3</sup>.

L'acétone est le nom commercial son nom selon IUPAC est la propanone, il est aussi connue sous les noms ; diméthylcétone, 2-propanone, propan-2-one et béta-cétopropane. De formule chimique  $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ , il est le composé le plus simple de la famille des cétones<sup>4</sup>.

L'acétone est un liquide transparent, inflammable, d'odeur caractéristique fruitée. Sa température de fusion est de  $T_f = -95,4 \text{ °C}$ <sup>5</sup> et celle d'ébullition de  $T_{eb} = 56,53 \text{ °C}$ <sup>6</sup> avec une densité relative de 0,819 à 0 °C<sup>7</sup>. C'est un composé très soluble dans l'eau, l'éthanol et dans l'éther avec un moment dipolaire de  $\mu = 2,88\text{D}$ .

Il existe naturellement dans les plantes, les arbres, gaz volcaniques, feux de forêts et comme un produit de la décomposition du gras animal. Elle est présente dans les gaz d'échappement, du tabac et des décharges. Les activités humaines en produisent plus que la nature<sup>8</sup>.

L'acétone est une cétone corporelle, présente normalement, en très petites quantités, dans l'urine et dans le sang<sup>9</sup>.

### **I-1-2 - Fabrication**

L'acétone, extraite autrefois du pyroligneux résultant de la carbonisation du bois, a été ensuite un produit dérivé de l'acide acétique<sup>10</sup>.

En 1915, Chaim Weizmann découvrit un moyen peu coûteux d'obtenir de l'acétone à partir de l'amidon, ce qui facilita la production de cordite, un explosif<sup>11</sup>.

A partir de l'année 2008, la méthode la plus utilisée pour produire l'acétone est le procédé cumène. La production mondiale d'acétone est de l'ordre de 1,5 million de tonnes par an<sup>12</sup>.

### **I-1-3-Utilisation**

L'acétone est un solvant très utilisé dans l'industrie et en laboratoire car elle a l'avantage de solubiliser de nombreuses espèces organiques et parce qu'elle est miscible avec l'eau. C'est également un composé à la base de la fabrication de plastiques, de médicaments, et autres produits chimiques<sup>13</sup>. L'acétone est notamment utilisée dans l'industrie pour produire le bisphénol A par réaction avec le phénol (le bisphénol A est un constituant important de nombreux polymères de type polycarbonates ou polyuréthanes ainsi que de résines époxy). Elle est également utilisée à grande échelle pour le transport et le stockage de l'acétylène par dissolution. Un litre d'acétone permet de dissoudre environ 250 litres d'acétylène<sup>14</sup>.

L'acétone est également le principal constituant de certains dissolvants utilisés pour retirer le vernis à ongles. Elle est également utilisée comme dissolvant pour dissoudre la colle et les fibres cellulosiques. Il est recommandé

de ne pas utiliser d'acétone sur les fibres artificielles (acétate, triacétate et acrylique). L'acétone est également utilisée pour le dégraissage industriel<sup>15</sup>.

#### **I-1-4- Effets sur la santé**

Le contact avec l'acétone peut provoquer des irritations ou des dégâts sur la peau. Une exposition importante et prolongée peut entraîner une perte de conscience.

Des études sur animaux de laboratoire ont démontré des dommages aux reins, au foie et aux nerfs, ainsi qu'au fœtus en cas d'exposition prolongée à des doses importantes d'acétone. Les animaux mâles montraient également de l'incapacité à se reproduire. On ne sait pas si ce genre d'effets peut être observé chez l'homme<sup>16</sup>.

#### **I-2-le cétole**

##### **I-2-1 Historique et propriétés**

Est obtenu par une réaction de cétole, appelée aussi l'aldolisation dans le cadre des aldéhydes. Cette réaction est basée sur la formation de liaisons carbone-carbone par condensation en chimie organique<sup>17,18,19</sup>. Elle implique généralement l'addition nucléophile d'un carbanion sur une cétole (ou un aldéhyde), pour former une  $\beta$ -hydroxycétole.

La forme moléculaire (cétole + alcool) est une unité structurale présente dans de nombreuses molécules naturelles et médicaments<sup>20,21,22,23</sup>.

La réaction de cétole fut découverte indépendamment par Charles Adolphe Wurtz<sup>24,25,26</sup> et Alexandre Porfirievitch Borodine en 1872. La cétole est utilisée à grande échelle dans la production de produits chimiques et dans l'industrie pharmaceutique pour l'obtention de produits

optiquement purs. Dans notre cas le cétole est la 4-hydroxy-4-méthylpentan-2-one est connue sous le nom diacétone-alcool de formule chimique  $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{OH}$ <sup>27</sup>.

Diacétone-alcool est un liquide incolore d'odeur agréable, il est totalement miscible à l'eau et à la plupart des solvants organiques notamment aux alcools, esters, cétones<sup>28</sup>.

Ses principales caractéristiques physiques sont les suivants :

Masse molaire : 116.16 g/mole<sup>29</sup>

Point de fusion : -42.8 °C<sup>30</sup>

Point d'ébullition : 167.9 °C<sup>31</sup>

Densité : 0.9306<sup>32</sup>

### **I-2-2 Utilisation**

Le diacétone-alcool trouve un large usage dans différents domaines ;

- Solvant pour résines (cellulosiques, époxydiques, phénoliques, vinyliques...), plastifiants et colorants dans les industries des peintures, laque, vernis, colles, encres et revêtements.
- Solvant pour le nettoyage des métaux.
- Composants de fluide pour freins hydrauliques et de mélanges antigels.
- Intermédiaire en synthèse organique.
- Solvant d'extraction de produits pharmaceutiques, gommes, résines, nitrocellulose<sup>33</sup>

## **II- Technique expérimental**

Dans cette partie bibliographique nous rappelons les principes fondamentaux des différentes techniques utilisées dans la réalisation de la réaction de céto-lisation, qui nécessite des montages au niveau du laboratoire et des méthodes d'identification du produit résumées en une analyse spectroscopique et une analyse qualitative par voie chimique.

### **II-1- les Montages**

Les différents montages utilisés sont :

- Montage de la distillation.
- Décanteur de DEAN-STARK
- Montage par extracteur de soxhlet

Ses montages seront détaillés dans la partie expérimentale.

### **II-2-Méthodes spectroscopiques**

#### **II-2-1-Introduction**

La spectroscopie est l'ensemble des méthodes consistent à mesurer l'absorption ou l'émission par des molécules de certaines quantités de rayonnement électromagnétique.

La plupart des méthodes spectroscopiques ont en commun le fait que l'échantillon interagit avec un rayonnement électromagnétique. Ce rayonnement peut être absorbé, réémis ou diffusé par les atomes et les molécules de la substance à analyser, menant ainsi à divers types de spectres dans le visible, dans l'ultraviolet et dans l'infrarouge. La RMN, la résonance magnétique nucléaire, la RMN paramagnétique et la diffraction par rayons X.

Ces différentes formes de spectroscopie sont liées aux longueurs d'onde de la lumière comme il est montré dans la figure I-1 <sup>34</sup>.

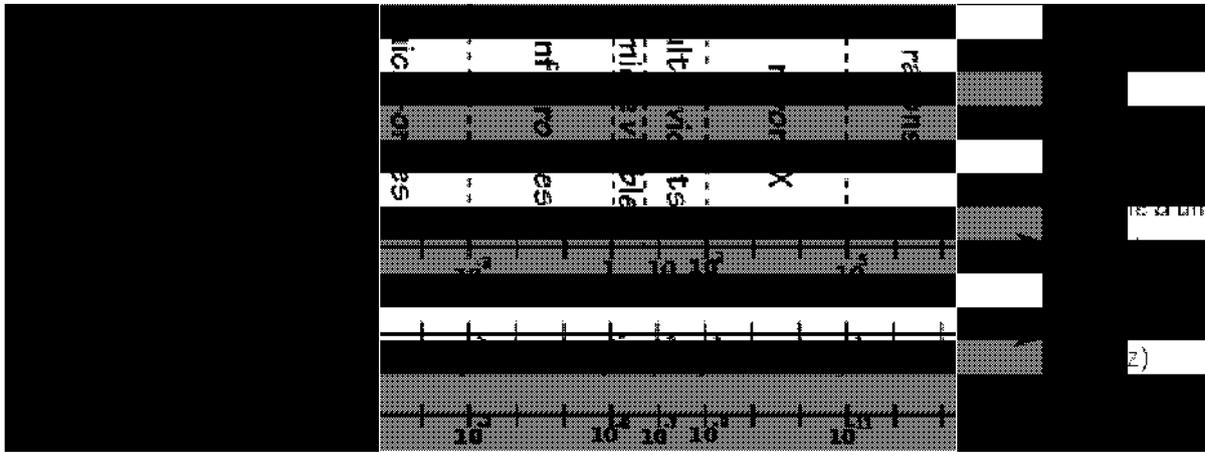


Figure I-1 : Spectre électromagnétique

## II-2-2-Spectroscopie IR

### II-2-2-1- Principe

L'infrarouge est une technique basée sur analyse vibrationnelle des liaisons chimiques d'un composé associée à une fréquence de vibration d'élongation ou de déformation.

L'infrarouge est une énergie électromagnétique regroupant les longueurs d'onde comprise entre 0,8 et 100 $\mu\text{m}$  et qui est divisée en proche l'infrarouge 0.8-2.5 $\mu\text{m}$ , moyen infrarouge 2.5-25 $\mu\text{m}$  et l'infrarouge lointain 25-100 $\mu\text{m}$ <sup>35</sup>.

Un échantillon est traversé par des radiations électromagnétiques de longueur d'onde comprise entre 2.5 et 25  $\mu\text{m}$  (domaine du moyen IR) et l'enregistrement de l'absorption de l'énergie infrarouge en fonction de la fréquence de la radiation incidente donne le spectre IR de l'échantillon.

Le rayonnement infrarouge est un rayonnement d'énergie relativement réduit d'environ 8 à 50 KJ/mol, cette énergie est trop faible pour provoquer une excitation électronique, mais correspond tout juste aux énergies d'élongation et de déformation, appelées la vibration de liaison<sup>36</sup>.

### II-2-2-2- Théorie classique des interactions vibrationnelles

Les bandes d'absorption situées dans le moyen IR proviennent de l'interaction de la composante électrique E des radiations électromagnétiques avec les dipôles électriques des liaisons non symétriques. Si on admet que le dipôle électrique d'une liaison oscille à sa fréquence de vibration, la composante électrique de l'onde pourra transmettre son énergie à la liaison, à condition qu'il y ait résonance entre les deux fréquences. Les fréquences caractéristiques de vibration des liaisons peuvent être représentées simplement par le modèle d'un oscillateur harmonique.

L'aspect mécanique d'une liaison covalente est alors représenté par un ressort reliant deux masses pouvant glisser sans frottement sur un plan. Si deux forces égales sont exercées en sens opposé aux extrémités de ressort, les deux masses s'écartent d'une distance  $x_0$  en gardant le centre de gravité du système fixe à la superposition des deux forces, les masses se mettent à osciller avec une période, fonction de la constante de raideur K du ressort et des masses en présence. La fréquence de vibration est définie par relation approchée<sup>37</sup>.

$$\nu = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{K}{\mu}}$$

Avec  $\mu = \frac{m_1 m_2}{m_1 + m_2}$ ,  $\mu$  étant la masse réduite.

$m_1, m_2$  des masses en gramme

### II-3- Analyse qualitatif par voie chimique ;

L'introduction graduelle des méthodes instrumentales, telles que les spectroscopies infrarouge et de résonance magnétique nucléaire, a considérablement diminué l'importance accordée aux méthodes classiques d'analyse organique, basées sur des tests chimiques. De nos jours, on emploie surtout les tests chimiques pour compléter ou confirmer les informations obtenues par l'analyse instrumentale ou pour remplacer celle-ci lorsque le laboratoire est peu équipé par exemple, si l'accès aux méthodes instrumentales se limite à des spectres infrarouge, la seule analyse des spectres des deux cétones suivantes la pentanone-2 et la pentanone-3, ne permettrait pas de les identifier avec certitude sauf par comparaison avec le spectre de référence. En l'absence de celui-ci, le test de triiodométhane (iodoforme) confirmerait la présence du groupement acétyl,  $\text{CH}_3\text{CO}$ , dans la pentanone-2 et son absence dans la pentanone-3.

En plus de jouer qu'un rôle complémentaire, l'analyse qualitative par voie chimique a une efficacité très relative; en effet, les tests d'analyse chimique s'appliquent rarement à tous les homologues fonctionnels, de plus, la présence de différents groupements au sein d'une même molécule peut entraîner le masquage de certaines réactions constituant un test. Enfin signalons qu'un essai chimique isolé ne permet que rarement l'identification d'un composé avec certitude. Il faut généralement adjoindre d'autres informations, telles que les spectres IR et RMN<sup>38</sup>.

---

# Chapitre B

**Etude Expérimentale**

---

## Tableau des produits utilisés

<b>Produit</b>	<b>Densité</b>	<b>Pureté</b>	<b>Fournisseur</b>
Acétone	0.79	99.5 %	Riedel -Dehaën
Hydroxide de Potassium		85 %	Riedel -Dehaën
Chlorure de zinc		98 %	Riedel -Dehaën
Acide Chlorhydrique	1.08	35%	Riedel -Dehaën
Ethanol	0.79	99.8 %	Riedel -Dehaën

- Cartouche filtrant contenant  $\text{Ca(OH)}_2$  ou  $\text{Ba(OH)}_2$

## Liste des matériels utilisés

- Pompe à eau
- Chauffe ballon
- Statifs
- Pinces
- spatule
- Support-Elévateur
- Ballons :monocol , Bicol 250ml
- Eprouvette de 50ml
- Réfrigérant à distillation
- Réfrigérant à reflux
- Erlenmeyer
- Appareil DEAN-Starck
- Appareil Soxhlet
- Thermomètre

- **Balance**
- **Spectrophotomètre FT-IR Pye Uni Can 9600 Philips-Version « Stand Alone »**

**B- Partie expérimentale :**

Dans cette partie on rappelle les différentes étapes qu'on a suivies ;

- Préparation du 4-hydroxy-4-méthylpentan-2-one.
- L'identification du produit.

**B-I- Préparation du 4-hydroxy-4-méthylpentan-2-one**

La cétylisation est faite en quatre essais, chaque essai est précédé par une distillation du réactif (la propanone) pour la purification et suivi par une autre distillation pour la séparation du mélange réactionnel.

**B-I-1-La distillation**

La distillation est une méthode de séparation basée sur la différence de température d'ébullition des différents liquides dans un mélange. Dans certains cas, mieux qu'une séparation, il s'agit d'une purification.

Si on chauffe un mélange de liquides, c'est le liquide le plus volatil, celui qui a la température d'ébullition  $T_{éb}$  la plus basse qui s'évapore le premier. Pour recueillir les vapeurs de ce produit, il faut le condenser par refroidissement à l'aide d'un réfrigérant à eau.

**B-I-1-1-Mode opératoire :**

Dans un ballon à fond rond de 250 ml on met 180ml d'acétone avec 3 pierres à ébullition. Le contenu du ballon est chauffé lentement jusqu'à  $56^{\circ}\text{C}$  selon le montage dans la figure II-1.

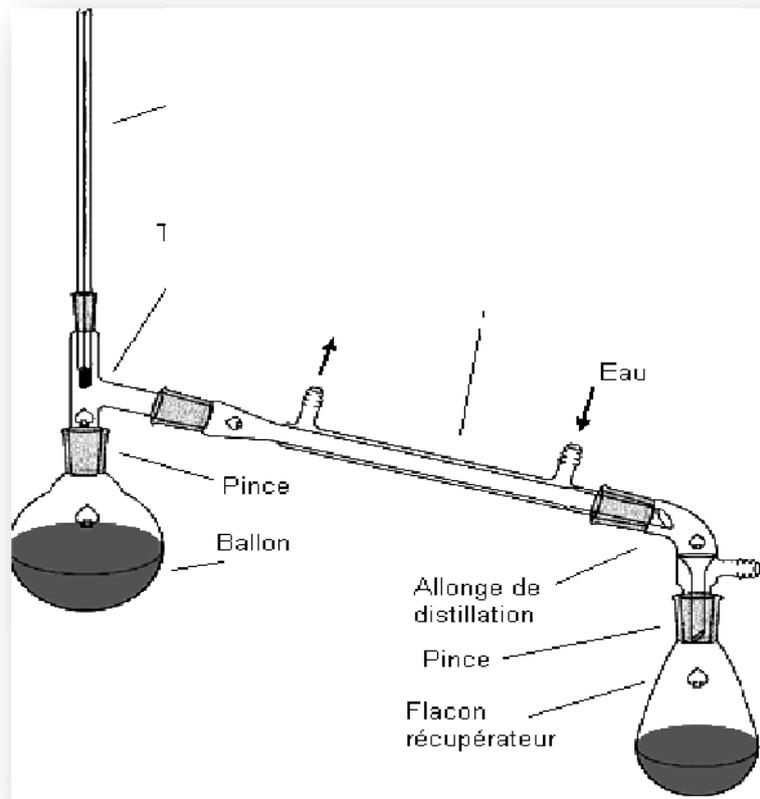


Figure II-1 : Montage de distillation

Après la distillation nous trouvons les volumes suivants :

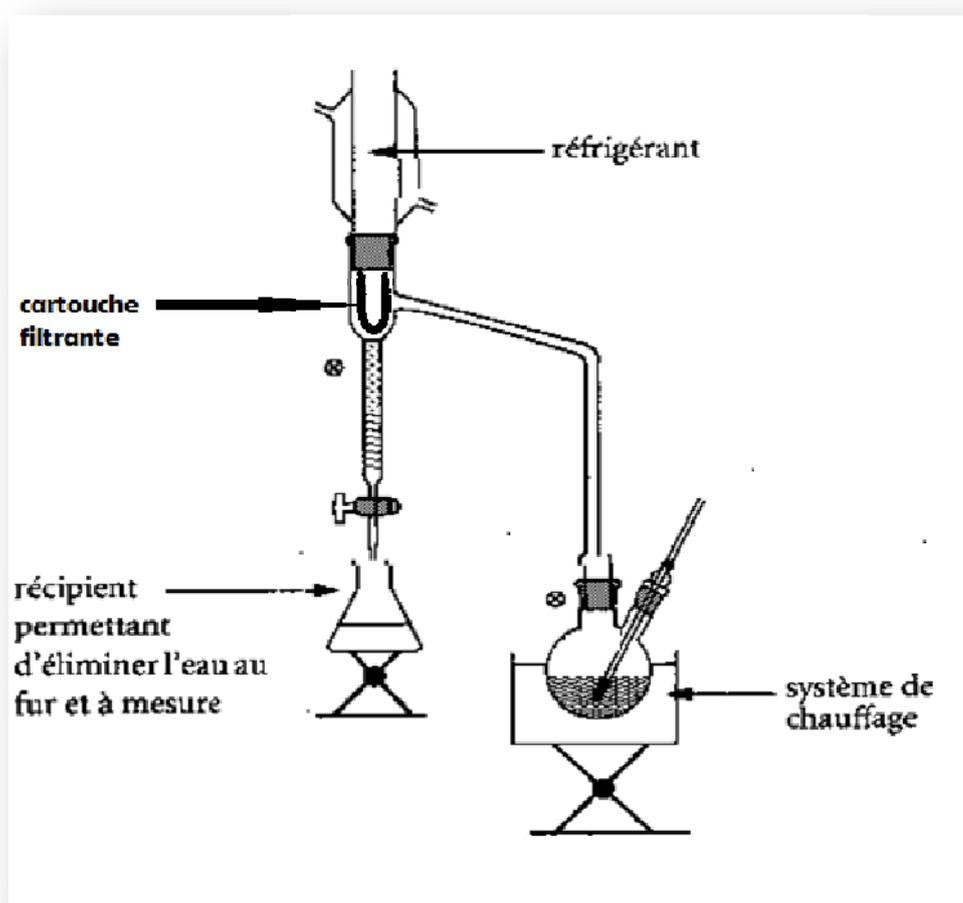
Produit	Volume initial (ml)	Volume final (ml)	$\Delta V$ (ml)
acétone	180	173	7

-Tableau 1 : les résultats de la distillation

On remarque une perte de 3,8% d'acétone a cause de sa volatilité et des impurtées.

**B-I-1-2- Essai de cétolisation par le montage de Dean-Stark**

On réalise la cétolisation à l'aide d'un montage de Dean-Stark avec une cartouche filtrante contenant  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  ou  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , comme il est représenté dans la figure II-2.



**Figure II-2 : décanteur de Dean-Stark plus une cartouche filtrante**

On met dans un ballon de 250ml, un volume de 173ml d'acétone et quelques grains de pierres ponce, après 30 minutes de chauffage le contenu du ballon se vaporise et se condense après le contact avec la cartouche et on récupère un mélange. Après la distillation de ce mélange on récupère que l'acétone, donc on

n'a pas de réaction. Ce qui nous a obligés à faire un autre essai avec un autre type de montage.

### B-I-1-3- Essai de cétylisation par le montage avec l'extracteur de soxhlet

On réalise le montage de la figure II-3. On utilise 180ml d'acétone distillé et quelque grain de pierres ponce et on allume le chauffage pendant trois heures.

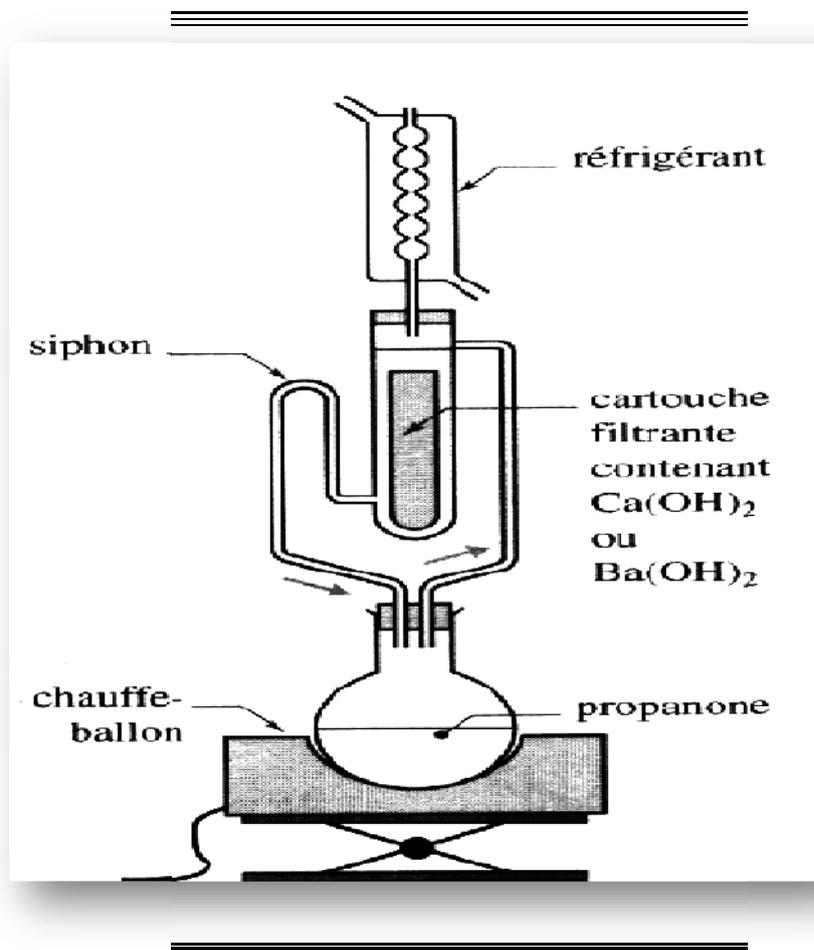


Figure II-3 : extracteur de soxhlet

Après la distillation du contenu de ballon, nous remarquons que nous avons obtenue que l'acétone, peut-être on a un problème dans la cartouche, car les cartouches ont des durée de vie limitées.

Pour cette raison on fait les essais suivants :

**B-I-1-4- Essai de réaction par le montage avec l'extracteur de soxhlet avec une cartouche modifiée**

On fait la même manipe précédente sauf que la cartouche est émergée dans une solution aqueuse de potasse KOH de 0.1M et volume de 100ml, pendant 20 minutes suivi d'un séchage d'une journée avant usage.

Après la distillation du contenu de ballon, on récupère deux produits. L'un des produits à 56°C le point d'ébullition de l'actétone et l'autre inconnu avec une faible quantité qui laisse jugé qu'il y'a une réaction. Pour augmenté la quantité du produit obtenu on a proposé une autre modification pour la cartouche dans l'essai suivant.

**B-I-1-5- Essai de réaction par le montage avec l'extracteur de soxhlet et une cartouche contenant une masse de potasse.**

Le même mode opératoire est réalisé avec une cartouche qui renferme une masse de 0.56 g.

Les produits de distillation sont les même avec une quantité plus importante du produit inconnu.

**B-II Résultats et discussions****B-II-1 Résultats des essais**

Les résultats des réactions sont donnes dans les tableaux suivants :

<b>Produit</b>	<b>Volume initial (ml)</b>	<b>Volume final (ml)</b>	<b>Masse initial (g)</b>	<b>Masse final (g)</b>
<b>Acétone</b>	<b>180</b>	<b>150</b>	<b>141.41</b>	<b>117.9</b>
<b>Inconnu 1</b>	<b>0</b>	<b>23</b>	<b>0</b>	<b>21.39</b>

Tableau 2 : résultats du 3<sup>ème</sup> essai

Produit	Volume initial (ml)	Volume final (ml)	Masse initial (g)	Masse final (g)
Acétone	180	138	141.41	108.47
Inconnu 2	0	35	0	32.55

Tableau 3 : résultats du 4<sup>ème</sup> essai

- D'après les résultats du tableau 3 le rendement de la réaction est de 15%
- D'après les résultats du tableau 4 le rendement de la réaction est de 23%

### B-II-2 Résultats de l'analyse des produits inconnus par IR

Les produits inconnus sont analysés par spectroscopie IR au laboratoire de chimie organique appliquée de l'université d'ES-SANIA Oran par un spectrophotomètre de model JAFECO, FT.IR 4200.

Les résultats sont représentés par les spectres sur les figures suivantes :

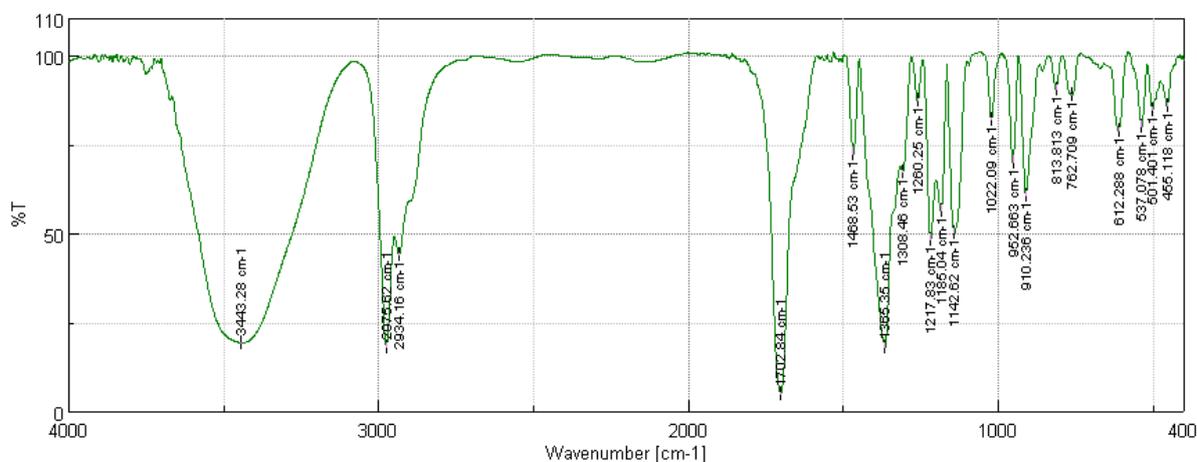
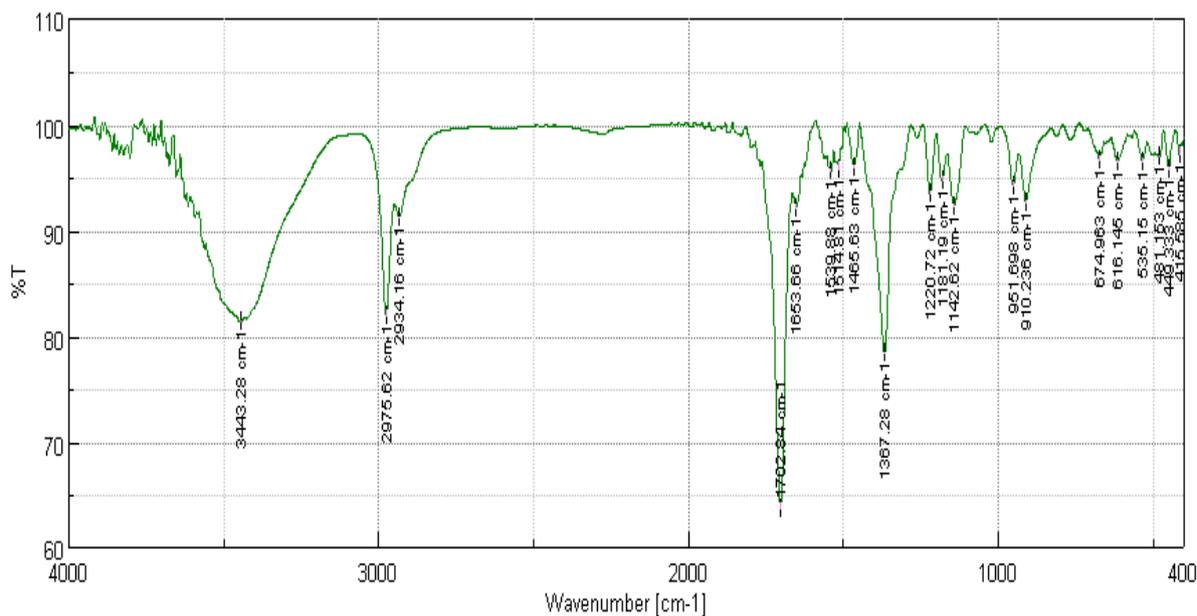


Figure II-4: spectre IR du produit inconnu 1



**Figure II-5: spectre IR du produit inconnu2**

Sur les deux spectres IR et dans la zone entre  $1500\text{cm}^{-1}$ - $4000\text{cm}^{-1}$ , la zone caractérisant des groupements fonctionnels, on remarque les bandes suivantes :

=  **$1702,04\text{cm}^{-1}$**  : Fréquence d'élongation caractérisant la double liaison C=O de la fonction cétone.

=  **$2976,62\text{cm}^{-1}$**  : Fréquence de déformation caractérisant la liaison C-H des groupes alkyle.

=  **$3443,28\text{cm}^{-1}$**  : Fréquence d'élongation caractérisant la liaison O-H de la fonction alcool.

Ces trois bandes caractéristiques, sans prendre en considération la zone des empreintes digitales entre  $400\text{cm}^{-1}$ - $1500\text{cm}^{-1}$ . Nous laissons conclure que les deux produits inconnus sont identiques et ils représentent un cétol.

En comparant ces résultats pratiques avec les résultats du spectre IR de l'acétone

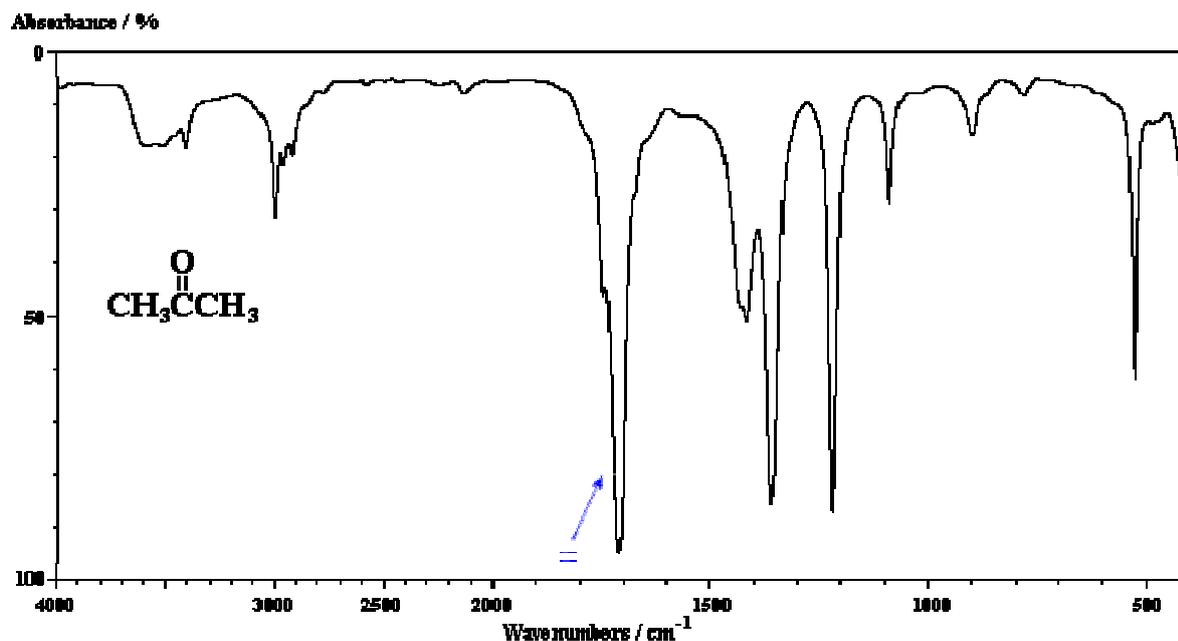
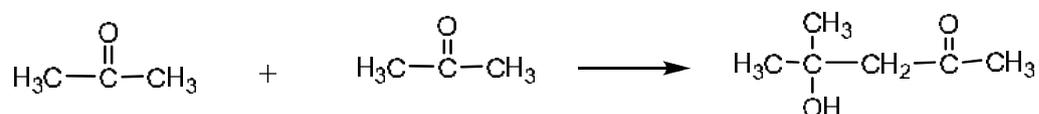


Figure II-6: Spectre IR de la propanone

On confirme que la condensation est réalisée.

Réaction globale en présence d'une base.



Cette condensation peut être interprétée par le mécanisme réactionnel suivant :

## B-II-2-1-Mécanisme de la réaction :

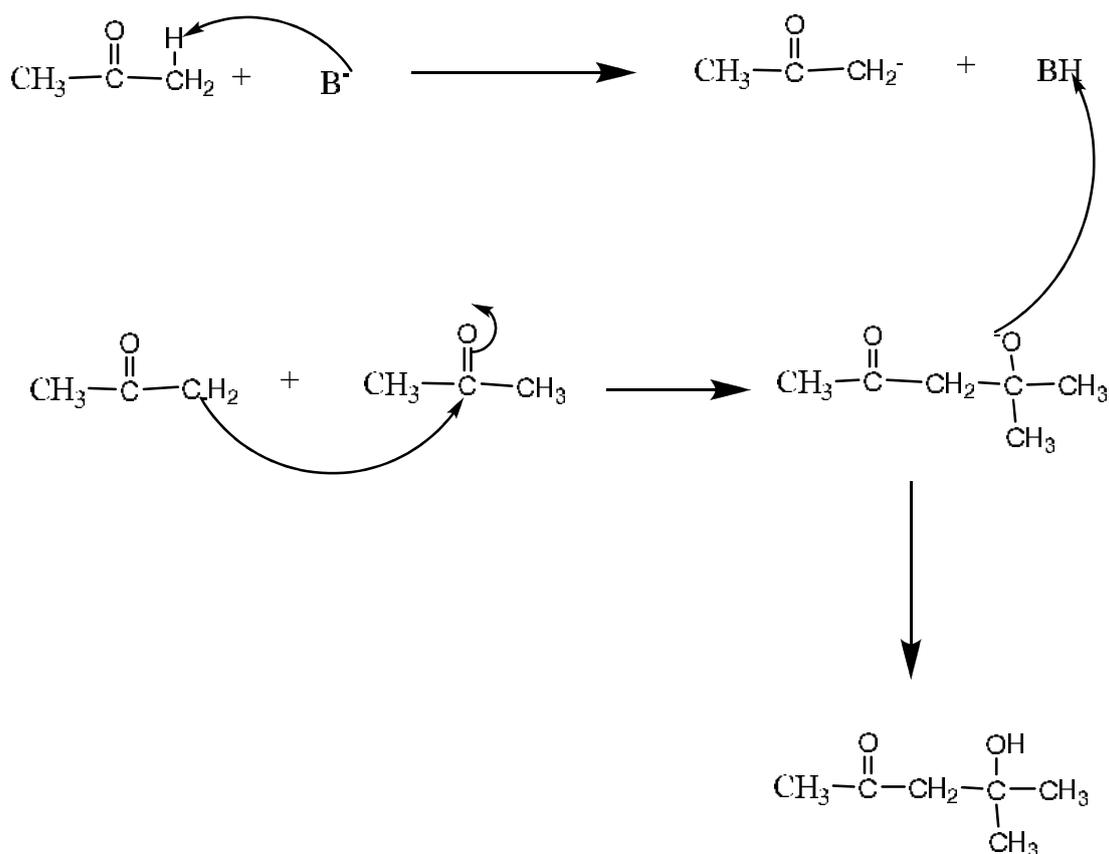


Figure II-7: Mécanisme réactionnel

## B-II-3- Analyse qualitative

## B-II-3-1 Le Test de LUCAS :

Ce test permet d'identifier la fonction alcool par la réaction suivante. Le réactif de chlorure de zinc,  $\text{ZnCl}_2$ , en solution dans l'acide chlorhydrique

Concentré, permet la substitution du groupement hydroxy (OH) par le

Chlore(Cl) le produit de cette réaction est insoluble, qui se sépare de la phase aqueuse.

**B-II-3-2 Préparation du réactif de LUCAS**

Dissoudre 68 g de  $\text{ZnCl}_2$  dans 52,5 g d'acide chlorhydrique concentré

(12 mol. $\text{dm}^{-3}$ ) refroidir à température ambiante.

**B-II-3-3 Réalisation du test.**

On introduit 1  $\text{cm}^3$  d'échantillon dans un tube à essai, puis on ajoute 10  $\text{cm}^3$  de réactif de LUCAS.

On bouche le tube, avec une agitation vigoureuse environ une minute. On remarque l'apparition d'une phase insoluble ce qui confirme la présence de la fonction alcool.

# **Conclusion**

## Conclusion Générale

Le but de ce travail consiste en une réaction de céto-lisation au niveau de laboratoire au terme du dit travail.

Avec le peu de moyen disponible, nous avons obtenue la 4-hydroxy -4-pentan-2-one avec les rendements allons de 15-23% selon les montages utilisés.

Ce produit a été caractérisé par IR FT, et une analyse fonctionnelle qualitative.

Le rendement peut être amélioré par utilisation d'une cartouche riche en base et des techniques plus adéquats.

**Référence**  
**bibliographique**

## References bibliographiques

1. W. Walter, *Lehrbuch der Organischen Chemie*, 24<sup>e</sup> éd. 2004, page 68.
2. F. A. Carey, *Advanced Organic Chemistry*, New York, 4<sup>e</sup> éd. 2000, page 96.
3. Jean-Dominique Bourzat - Histoire de la chimie 36<sup>e</sup> éd, 2003, page 36-39.
4. criteria for a recommended standard-occupational exposure to ketones,  
Cincinnati, DHEW (NIOSH), 1978, 244p.
5. Fiche toxicologique FT 3 [archive] de l'INRS, publiée en 2008.
6. acétone *sur Hazardous Substances Data Bank. Consulté le 3 février 2010.*
7. Fiche toxicologique FT 3 [archive] de l'INRS, publiée en 2008.
8. A. Streitwieser Jr. *Introduction à la chimie organique*, Paris, 1986.
9. J. March, *Advanced Organic Chemistry*, New York, 4<sup>e</sup> éd. 1992, page 288.
10. K. Weissmerl, *Chimie organique industrielle*, 3<sup>e</sup> éd. 2000, page 142.
11. SMITH, M. B.; MARCH, J., *Advanced Organic Chemistry*, New York, Wiley Interscience, 2001 (5<sup>e</sup> édition) (ISBN 0-471-58589-0), p. 1230–1231
12. MAHRWALD, R., *MODERN ALDOL Reactions, Volumes 1 et 2*, Weinheim (Allemagne), Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2004 (ISBN 3-527-30714-1), p. 1206–1212
13. T. MUKAIYAMA, « *The Directed Aldol Reaction* », dans *Org. React.*, vol. 28, 1982, p. 196.203.
14. March, *Advanced Organic Chemistry*, New York, 4<sup>e</sup> éd. 1992, page 291.

15. Documentation of the threshold limit values and biological exposure indices, 5<sup>e</sup> éd. Cincinnati, ACGIH, 1986, page 171.
16. BROWNING E- toxicity and metabolism of industrial solvents, Amsterdam, Elsevier, 1965, pp. 389-392.
17. WADE, L. G., *Organic Chemistry*, Upper Saddle River (New Jersey), Prentice Hall, 2005 (6<sup>e</sup> édition) (ISBN 0-13-169957-1), p. 1056-1066
18. SMITH, M. B.; MARCH, J., *Advanced Organic Chemistry*, New York, Wiley Interscience, 2001 (5<sup>e</sup> édition) (ISBN 0-471-58589-0), p. 1218–1223
19. MAHRWALD, R., *MODERN ALDOL Reactions, Volumes 1 et 2*, Weinheim (Allemagne), Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2004 (ISBN 3-527-30714-1), p. 1218–1223
20. HEATHCOCK, C. H., *Comp. Org. Syn.*, Oxford, Pergamon, 1991 (ISBN 0-08-040593-2), p. 133–179
21. T. MUKAIYAMA, « *The Directed Aldol Reaction* », dans *Org. React.*, vol. 28, 1982, p. 203-331
22. I. PATERSON, « *New Asymmetric Aldol Methodology Using Boron Enolates* », dans *Chem. Ind.*, vol. 12, 1988, p. 390-394
23. STANLEY H. PINE, *Organic Chemistry*, McGraw-Hill Book Co., 1987 (ISBN 0-07-100242-1)
24. CHARLES-ADOLPHE WURTZ, « *Sur un aldéhyde-alcool* », dans *Bull. Soc. Chim. Fr.*, vol. 17, 3 mai 1872, p. 436-442 [texte intégral (page consultée le 11 février 2010)]

25. CHARLES-ADOLPHE WURTZ, « Ueber einen Aldehyd-Alkohol », dans *J. Prakt. Chemie*, vol. 5, n° 1, 1872, p. 457-464
26. CHARLES-ADOLPHE WURTZ, « Sur un aldéhyde-alcool », dans *Comp. Rend.*, vol. 74, 27 mai 1872, p. 1361 [texte intégral (page consultée le 11 février 2010)]
27. diacétone-alcool notice technique et fiche de donnée de sécurité. Paris, atochem 1985,1988.
28. KIRK-OTHMER- encyclopedia of chemical technologie, 3<sup>e</sup> éd, vol, 13, New York, john Wiley and sons, 1981, pp, 912-915.
29. MARSDEN c- solvents guide, 2<sup>e</sup> éd. Londres, cleaver hume press Ltd, 1963, pp167-171.
30. WEISS G- hazardous chemicals data book 2<sup>e</sup> éd, park riedge, corp, 1986, p341.
31. KUHN R.,BIRETT K- merkblater gefahrliche arbeitsstoffe lech verlag moder industrie, 1981, blatt Nr d 05.
- 32.WEISS G- hazardous chemicals data book 2<sup>e</sup> éd, park riedge, corp, 1986, p341.
- 33 .Marsden c- solvents guide, 2<sup>e</sup> éd. Londres, cleaver hume press Ltd, 1963, pp167-171.
34. ABDELRAZAK MAAROUF , analyse instrumentale, 2<sup>e</sup> éd, 2005.
35. CAROLE LAPOINTE-VIGNOLA-JOHN-AMIOT « Science et technologie du lait » transformation de lait, 2002 page 64.

36. Allyn William Johnson « invitation à la chimie organique », 2003 page 371.
37. John Lynch, « analyse physico-chimique des catalyseurs industriels manuel pratique de caractérisation » 2001, page 244.
38. Armande Jullien « chimie organique expérimental » 1986, page 461.

# **Annexe**



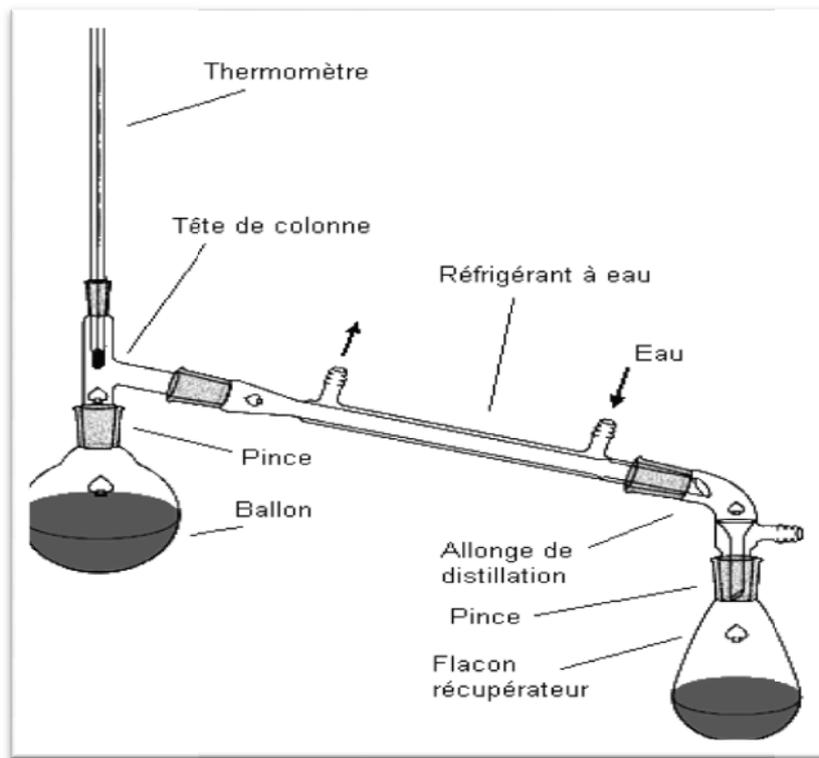
**-Charles Adolphe Wurtz-**



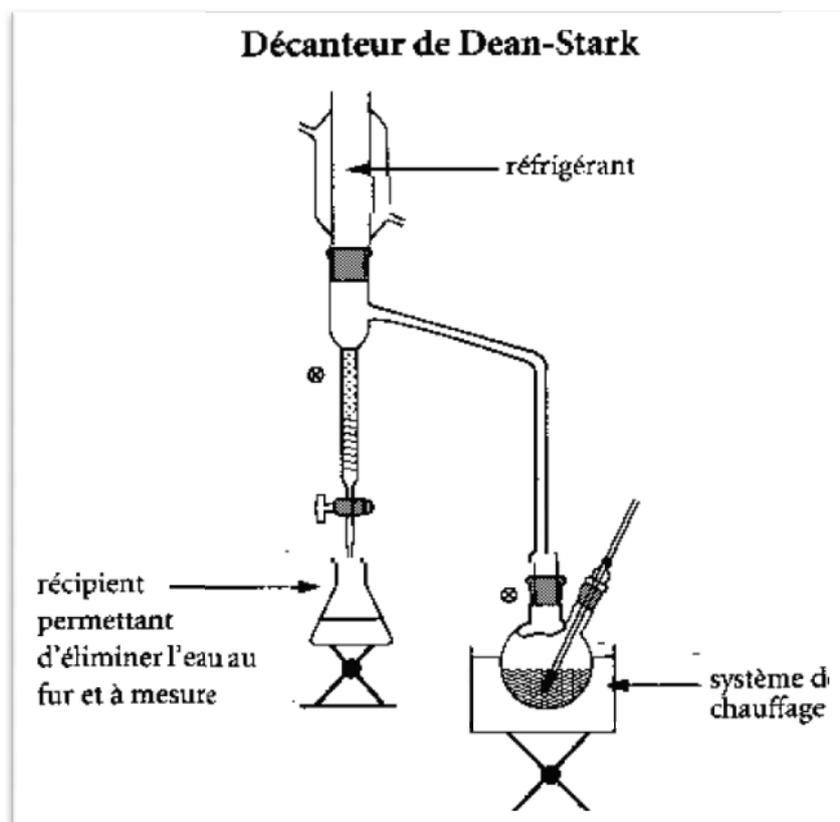
**-Alexandre Borodine-**

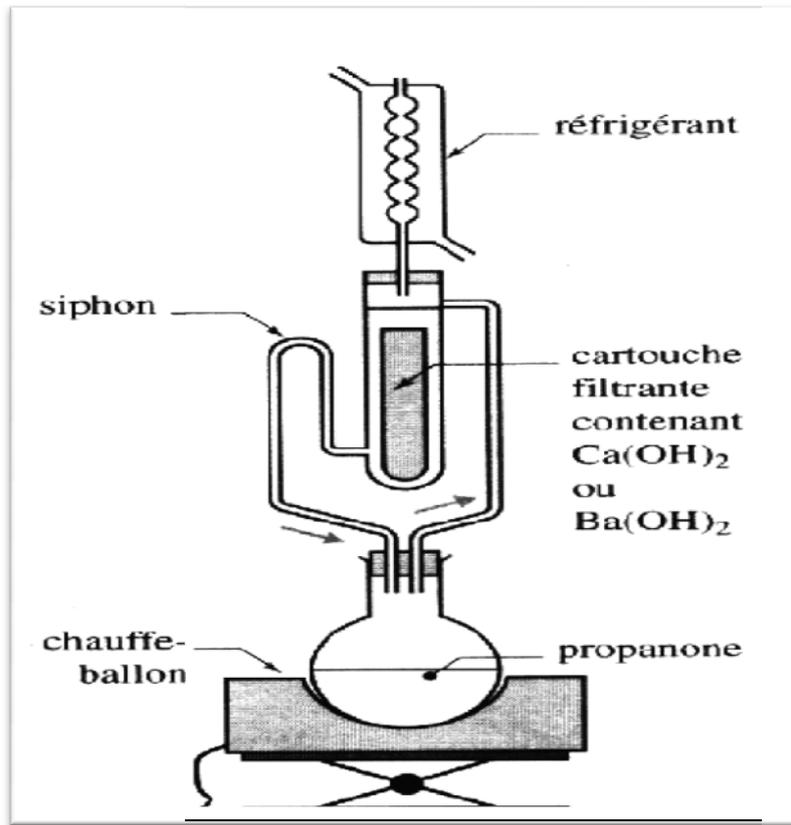


**-Jean Béguin-**

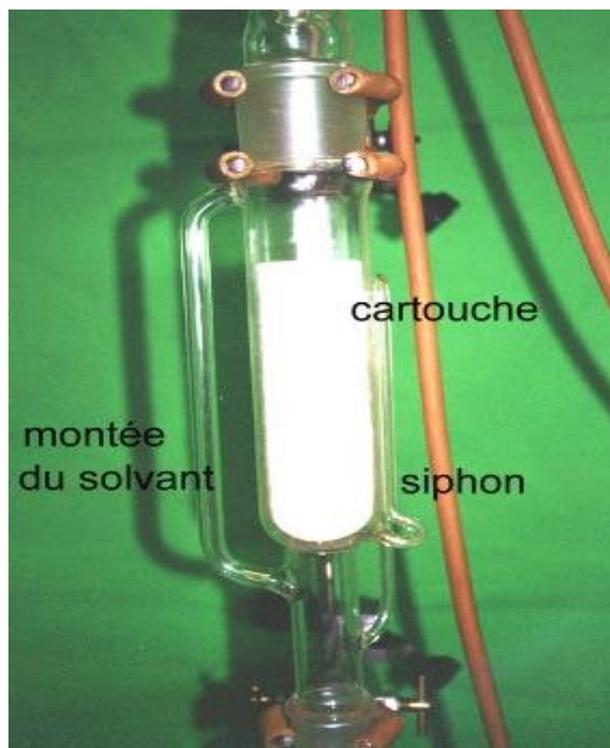


**-Montage de la distillation-**





**-Extracteur de Soxhlet-**



**-Appareil de soxhlet-**



**-montage de soxhlet-**

## Résumé

Les dérivés carbonyles possèdent une grande importance en synthèse organique dans les divers segments de l'industrie.

Dans ce travail, nous avons réalisé une réaction de cétolisation au niveau du laboratoire par condensation de la propanone en présence d'une base.

## Summary

The derivations of Carbonyl constitute a big importance of organic synthesis in many fields industrial.

In this work, we realize this reaction of cetolisation in the level of laboratory by condensation of the Propanon on the base' presence.

## ملخص

تكتسي المشتقات الكربونية أهمية بالغة في مجال التفاعلات العضوية على مستوى مختلف فروع الصناعة في هذا العمل أنجزنا تفاعل صيتولي على مستوى المخبر بتكتيف جزيء البروبانون بوجود قاعدة .