**Condensation aldolique**

*Référence : 40 expériences illustrées de chimie générale et organique (p.254 et suivantes)*

Leçons potentielles : 3

Produits :

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Nom | Formule brute | Masse molaire (g.mol-1) | Densité | Température | Sécurité |
| 4-méthylacétophénone | C9H100 | 134,18 | 1,005 | Tfus = 22°C | Inflammable  Irritant |
| 4-méthoxybenzaldéhyde | C8H8O2 | 136,15 | 1,119 | Tfus = -1°C | Irritant |
| Hydroxyde sodium (solide) | NaOH | 40,00 | - | Tfus = 318°C | Corrosif |
| Dichlorométhane | CH2Cl2 | 84,93 | 1,325 | Teb = 40°C | CMR |
| Cyclohexane | C6H12 | 84,16 | 0,778 | Teb = 80,7°C | Inflammable  CMR  Irritant  Ecotoxique |
| Ethanol | C2H6O | 46,07 | 0,789 | Teb = 78°C | Inflammable |
| Diéthyléther | C4H10O | 74,12 | 0,714 | Teb = 35°C | Inflammable  Irritant |

Matériels :

Pour la synthèse :

* Ballon monocol (20 mL)
* Potence
* Pince deux doigts
* Pipettes graduées de 2 mL (2)
* Verre à pieds
* Bécher (2 pour les solutions)
* Mortier et pilon
* Coupelle de pesée
* Balance
* Agitateur magnétique et olive
* Éprouvette graduée de 10 mL

Pour l’essorage :

* + - Fiole à vide
    - Verre fritté
    - Pissette d’eau distillée
    - Potence
    - Pince deux doigts

Pour la recristallisation :

* + - Réfrigérant à eau
    - Potence
    - Pince deux doigts
    - Pince trois doigts
    - Ballon (le même que celui de la synthèse pour le rendement)
    - Agitateur magnétique chauffant
    - Pipette pasteur en plastique
    - Olive (la même que pour la synthèse pour le rendement)
    - Support élévateur
    - Cristallisoir

Pour la CCM :

* + - Cuve CCM
    - Plaque CCM
    - Lampe de révélation UV
    - Eprouvette graduée de 5mL (2 pour les solvants de l’éluant)
    - Capillaire
    - Pilulier

Modification protocole :

Pour la synthèse :

Prélever l’hydroxyde de sodium solide au dernier moment (caractère hygroscopique). Si préparé trop tôt, alors le solide se gorge d’eau.

Pour la recristallisation :

Laisser le ballon accrocher au réfrigérant (pour ne pas perturber la cristallisation). Descendre le dispositif de chauffage et laisser refroidir à l’air. Retirer le dispositif de chauffage, placer un cristallisoir rempli d’eau puis remplacer celui-ci par un mélange eau-glace. Retirer le ballon et essorer à nouveau.

Après la recristallisation, le produit obtenu est gorgé de solvant. Il faut donc le passer à l’étuve avant de pouvoir en faire quelque chose d’intéressant (notamment mesure de la température de fusion).

Pour la CCM :

Éluant : mélange cyclohexane et diéthyléther en proportion 50/50

Nombre de dépôt : 5 avec dans l’ordre :

1 : co-dépôt : produit et 4-méthoxybenzaldéhyde

2 : 4-méthoxybenzaldéhyde

3 : produit synthétisé

4 : 4-métylacétophénone

5 : co-dépôt : produit et 4-méthylacétophénone

Solubiliser le produit dans un peu de dichlorométhane (attention à ne pas trop le concentrer)

Remarques éventuelles :

Le produit obtenu avant recristallisation ne permet pas de faire grand-chose. La température de fusion trouvé est totalement absurde.

Utiliser le produit recristallisé pour en faire le caractériser :

* Température de fusion (à comparer avec la valeur donnée dans le protocole)
* Spectre UV-visible (solvant : éther diéthylique ; utiliser des cuves en verre)
* Spectre IR (repérage des bandes caractéristiques et notamment différences pour la liaison double CO dans le cas d’une cétone, d’un aldéhyde ou d’un alpha-énol
* CCM