

M. Chavanne
A. Jullien

G.J. Beaudoin
E. Flamand

Chimie organique expérimentale

2^e édition

préface de G. Odermatt et C. Tanielian

- BTS, BTn, IUT
- cégeps du Québec
- premier cycle de l'enseignement supérieur
- formation continue



TECHNIQUE SUPÉRIEURE

TABLE DES SUJETS

PREMIÈRE PARTIE – GÉNÉRALITÉS SUR LA SYNTHÈSE ORGANIQUE

CHAPITRE 1 – RÔLES DE LA SYNTHÈSE ORGANIQUE..... 1

- 1.1 Laboratoires de recherche fondamentale..... 1
- 1.2 Laboratoires de recherche appliquée..... 1
- 1.3 Laboratoires de petite fabrication..... 2

CHAPITRE 2 – ÉTAPES D'UNE SYNTHÈSE AU LABORATOIRE..... 3

- 2.1 Avant l'expérience..... 3
- 2.2 L'expérience..... 5
- 2.3 Après l'expérience..... 6

CHAPITRE 3 – QUALITÉS TECHNIQUES DU CHIMISTE..... 9

CHAPITRE 4 – SÉCURITÉ AU LABORATOIRE..... 11

- 4.1 Principales règles de sécurité..... 11
 - 4.1.1 Prévention..... 11
 - A. Connaissance du travail à effectuer..... 11
 - B. Affichage de sécurité et matériel de protection général..... 12
 - C. Comportement au laboratoire..... 12
 - D. Protection personnelle..... 12
 - E. Étiquetage..... 13
 - F. Entreposage et élimination de produits chimiques..... 13
 - G. Travail solitaire et appareils fonctionnant la nuit..... 14
 - 4.1.2 Intervention..... 14
 - A. Renversement sur le sol..... 14
 - B. Projection sur une personne..... 15
 - C. Marche à suivre en cas d'accident..... 15
- 4.2 Risques inhérents aux produits chimiques..... 15
 - 4.2.1 Dangers des produits chimiques..... 15
 - 4.2.2 Risques d'explosion..... 17
 - 4.2.3 Risques de feu..... 19
 - 4.2.4 Risques d'intoxication et de brûlures..... 20
 - A. Produits très toxiques..... 21
 - B. Produits toxiques et irritants..... 22
 - C. Produits nocifs..... 22
 - D. Produits cancérigènes..... 24
 - E. Produits à effets cumulatifs nocifs..... 26
 - 4.2.5 Risques inhérents aux réactifs inorganiques et organométalliques..... 29

9.2	Mesure de la pression	105
9.2.1	Définitions et unités	105
9.2.2	Mesure de la pression atmosphérique	106
A.	Baromètre à mercure	106
B.	Baromètres anéroïdes	109
9.2.3	Mesure des pressions relatives supérieures à la pression atmosphérique	110
9.2.4	Mesure des pressions relatives inférieures à la pression atmosphérique	111
A.	Manomètre à cadran	111
B.	Manomètre à mercure ouvert	112
9.2.5	Mesure des pressions absolues inférieures à la pression atmosphérique	113
A.	Manomètre en U fermé	113
B.	Manomètre à membrane	113
C.	Jauge de MAC LEOD	114
D.	Jauge électronique	115
9.2.6	Contrôle d'une pression relative voisine de la pression atmosphérique	115
A.	Manomètre en U ouvert	115
B.	Manomètre à membrane	116

CHAPITRE 10 – TECHNIQUES RÉACTIONNELLES 117

10.1	Réactions sous atmosphère contrôlée	118
10.2	Réactions au reflux total, en phase liquide homogène	118
10.3	Agitation	120
10.3.1	Agitateurs rotatifs à tiges	120
10.3.2	Agitateurs à turbine ou turboagitateurs	123
10.3.3	Agitateurs magnétiques	124
10.3.4	Agitateurs vibrants ou «vibro-mixers»	125
10.3.5	Agitation par dispositifs extérieurs	126
10.4	Réactions en milieu hétérogène liquide-liquide ou liquide-solide	128
10.5	Réactions avec addition ou dégagement de gaz	129

CHAPITRE 11 – FILTRATION 133

11.1	Filtration par gravité	133
11.2	Filtration par gravité à chaud	135
11.3	Filtration sous vide	136
11.4	Adjuvants de filtration	137

CHAPITRE 12 – DÉCANTATION – EXTRACTION – LAVAGE 139

12.1	Décantation	139
12.1.1	Appareils et technique de séparation	139
12.1.2	Émulsions et produits d'interface	141
12.1.3	Salage des couches aqueuses	142

12.2	Extraction liquide-liquide	142
12.2.1	Coefficient de partage	143
12.2.2	Solvants d'extraction	144
12.2.3	Extraction discontinue	145
12.2.4	Extraction continue	147
12.3	Lavage d'une phase organique	148
12.4	Extraction solide-liquide	149
12.4.1	Méthode discontinue	149
12.4.2	Méthode continue	150
12.5	Séquence fréquente d'isolement d'une phase organique liquide	150
12.6	Applications pratiques	152
12.6.1	Extraction de l'acide propanoïque	152
12.6.2	Extraction du tétradécanoate de propanetriol-1, 2, 3 (trimyristine)	154
12.6.3	Extraction de la caféine du thé	155

CHAPITRE 13 – DISTILLATION

13.1	Introduction	159
13.2	Équilibre liquide-vapeur d'un corps pur en présence d'air	160
13.2.1	Équilibre liquide-vapeur en vase clos – Courbe de tension de vapeur	160
13.2.2	Vaporisation à l'air libre à température constante: évaporation ..	162
13.2.3	Vaporisation totale à l'air libre par élévation de température ...	162
A.	Ébullition	162
B.	Surchauffe	164
13.2.4	Condensation à l'air libre par abaissement de température	165
13.3	Équilibre liquide-vapeur d'un mélange binaire idéal	165
13.4	Principe de la distillation fractionnée d'un mélange binaire idéal	169
13.5	Caractéristiques d'un appareil à distiller	173
13.5.1	Pouvoir séparateur	173
A.	Qualités de la colonne	174
B.	Influence de la température et de la pression	175
C.	Taux de reflux et débit de prélèvement	177
D.	Engorgement et régularité	177
13.5.2	Retenue	180
13.5.3	Choix d'une colonne à distiller	180
13.6	Étude des courbes de distillation	183
13.6.1	Solution binaire idéale	183
13.6.2	Solutions binaires non idéales – Mélanges azéotropes	184
13.6.3	Mélange de deux liquides partiellement miscibles	188
13.6.4	Mélange de deux liquides non miscibles	189
13.6.5	Purification d'un composé	191
13.7	Repérage de la nature du distillat – Changement de fraction	192
13.7.1	Méthode analytique	192
13.7.2	Observation de la température en tête de colonne	192
A.	Distillation à la pression atmosphérique	194
B.	Distillation sous pression réduite	194

13.8	Techniques pratiques de distillation	194
13.8.1	Distillation simple	194
13.8.2	Rectification	198
13.8.3	Distillations sous pression réduite	201
	A. Principe et conséquences	201
	B. Appareils classiques	203
	C. Évaporateur rotatif	211
13.8.4	Hydrodistillation – Entraînement à la vapeur	213
	A. Définitions et principes	213
	B. Applications usuelles et appareils	214
13.9	Description d'une opération de distillation dans l'ordre chronologique des travaux	217
13.10	Applications pratiques	220
13.10.1	Étude de la distillation à pression ambiante du mélange binaire idéal méthanol-butanol-1	220
13.10.2	Purification du cyclohexane par rectification à la pression ordinaire	221
13.10.3	Séparation par distillations sous pression réduite d'un mélange de benzaldéhyde et d'alcool benzylique en solution dans le trichlorométhane (chloroforme)	223
13.10.4	Isolement de l'huile de clou de girofle par entraînement à la vapeur ou par hydrodistillation	227
CHAPITRE 14 – RECRISTALLISATION		231
14.1	Principe de la recristallisation	231
14.2	Étapes de la recristallisation	232
14.2.1	Choix du solvant	232
14.2.2	Mise en solution	234
14.2.3	Traitement éventuel de la solution chaude	235
14.2.4	Refroidissement et cristallisation	235
14.2.5	Filtration sous pression réduite	236
14.2.6	Séchage	236
14.2.7	Conditionnement	236
14.2.8	Contrôle de la pureté	236
14.2.9	Conclusions	237
14.3	Applications pratiques	237
14.3.1	Recristallisation de l'acide hydroxy-2 benzoïque (acide salicylique)	237
14.3.2	Recristallisation de l'acide hydroxy-2 benzoïque (acide salicylique)	238
14.3.3	Recristallisation de l'acide benzoïque	239
CHAPITRE 15 – EXTRACTION ET PURIFICATION PAR VOIE CHIMIQUE		241
15.1	Purification des éthers	244
15.2	Purification d'un aldéhyde: le benzaldéhyde	246

15.3 Séparation des énantiomères de la phényl-1 éthylamine	250
CHAPITRE 16 – SÉCHAGE	255
16.1 Séchage des liquides	255
16.1.1 Séchage ordinaire	255
A. Desséchants chimiques	255
B. Filtration sur cotons ou papiers spéciaux	258
C. Séchage azéotropique	258
16.1.2 Séchage total	259
A. Anhydride phosphorique	259
B. Sodium métallique	259
C. Tamis moléculaires	260
16.2 Séchage des solides	261
16.2.1 Séchage à l'air libre	261
16.2.2 Dessiccateur	261
16.2.3 Étuves	263
16.2.4 Microdessiccateurs	263
16.3 Conservation des composés très secs à l'abri de l'humidité de l'air	264
CHAPITRE 17 – CONDITIONNEMENT ET OBSERVATIONS PRÉLIMINAIRES	267
17.1 Conditionnement	267
17.2 Observations préliminaires	268
17.2.1 Aspect	268
17.2.2 Masse volumique	268
17.2.3 Odeur	268
CHAPITRE 18 – CHROMATOGRAPHIE	271
18.1 Introduction	271
18.1.1 Définitions	271
A. Nature des phases	271
B. Nature des phénomènes	272
18.1.2 Chromatographie d'absorption	273
A. Polarité des phases	273
B. Interactions entre le composé à analyser et les deux phases	274
18.1.3 Chromatographie de partage	275
18.1.4 Domaines d'application	276
18.1.5 Liste des techniques chromatographiques étudiées dans cet ouvrage	277
18.2 Chromatographie sur couche mince (CCM)	277
18.2.1 Définition et appareillage	277
18.2.2 Principe de la technique	278
18.2.3 Applications de la chromatographie sur couche mince	278
18.2.4 Adsorbants et plaques chromatographiques	279
18.2.5 Choix de l'éluant	280

18.2.6	Dépôt de l'échantillon	282
18.2.7	Développement des plaques	284
18.2.8	Révélation	285
18.2.9	Calcul du R_f	287
18.2.10	Description d'une analyse par chromatographie sur couche mince selon l'ordre chronologique	288
18.2.11	Exemples d'application	289
	A. Analyse d'acides aminés provenant de l'hydrolyse de la caséine	289
	B. Analyse de l'huile de clou de girofle	290
	C. Analyse des encres commerciales	290
18.3	Chromatographie sur papier	290
18.3.1	Principes de la technique et applications	290
18.3.2	Papier	291
18.3.3	Dépôt de l'échantillon, développement et révélation	292
18.3.4	Description d'une analyse sur papier selon l'ordre chronologique	293
18.3.5	Exemples d'application	293
	A. Analyse d'acides aminés provenant de l'hydrolyse de la caséine	293
	B. Analyser les solutions aqueuses suivantes à 1 % de D-xylose, D-arabinose, D-glucose, D-galactose, D-fructose	294
18.4	Chromatographie sur colonne	294
18.4.1	Description succincte	294
18.4.2	Principes de la technique	296
18.4.3	Facteurs dont dépend la séparation	296
18.4.4	Recherche des conditions opératoires par CCM	299
18.4.5	Remplissage de la colonne	300
18.4.6	Dépôt des produits à analyser	301
18.4.7	Alimentation en solvant et développement du chromatogramme	302
18.4.8	Description d'une séparation par chromatographie sur colonne selon l'ordre chronologique	304
18.4.9	Exemple d'application	305
18.5	Chromatographie en phase gazeuse (CPG)	306
18.5.1	Principes de la technique et appareillage	306
18.5.2	Temps de rétention	309
18.5.3	Principes de la séparation et facteurs l'affectant	311
18.5.4	Phase stationnaire	312
18.5.5	Analyse qualitative	315
18.5.6	Analyse quantitative	315
18.5.7	Précautions générales	316
18.5.8	Exemples d'application	317
	A. Analyse de l'huile de clou de girofle	317
	B. Analyse des isomères du méthyl-3 cyclohexanol	317
18.6	Chromatographie liquide à haute pression (CLHP)	318
18.6.1	Principes de la technique	318
18.6.2	Éléments d'un chromatographe liquide à haute pression	319
18.6.3	Solvants	322

18.6.4	Phase stationnaire	322
18.6.5	Précautions générales	325
18.6.6	Exemple d'application	325
CHAPITRE 19 – POINT DE FUSION		327
19.1	Fusion et température de fusion	327
19.2	Utilité du point de fusion	328
19.2.1	Contrôle de la pureté d'un composé	328
19.2.2	Identification d'un composé	328
19.3	Appareils à point de fusion	329
19.3.1	Appareils à tube capillaire	329
19.3.2	Appareils à plaque chauffante	331
19.4	Étalonnage du thermomètre	334
19.5	Mesure du point de fusion	335
CHAPITRE 20 – RÉFRACTOMÉTRIE		337
20.1	Réfraction et indice de réfraction	337
20.2	Usages de la mesure de l'indice de réfraction	338
20.3	Réfractomètre	339
20.4	Utilisation du réfractomètre	340
20.5	Détermination de la composition d'un mélange (méthanol et propanol-1)	342
CHAPITRE 21 – POLARIMÉTRIE		345
21.1	Généralités	345
21.2	Mesure de l'activité optique	346
21.3	Polarimètre	348
21.4	Utilisation du polarimètre	350
21.5	Détermination de la rotation spécifique de l'acide (+) dihydroxybutanedioïque (R,R) (acide (+) tartrique)	350
CHAPITRE 22 – SPECTROSCOPIE D'ABSORPTION DANS L'INFRAROUGE ET L'ULTRAVIOLET		353
22.1	Généralités	353
22.2	Spectroscopie infrarouge (IR)	357
22.2.1	Vibrations dans l'infrarouge	357
22.2.2	Appareillage	360
A.	Source	360
B.	Compartiment à échantillons et cellules	360
C.	Système optique	363
D.	Mesure et enregistrement	365
22.2.3	Réalisation d'un spectre	365
A.	Préparation des échantillons	366
B.	Appareillage	370
C.	Entretien de l'appareillage	371

22.2.5	Interprétation des spectres.....	372
A.	Région 4 000 – 1 500 cm^{-1}	373
B.	Région 1 500 – 1 000 cm^{-1}	378
C.	Région 1 000 – 600 cm^{-1}	379
22.3	Spectroscopie dans l'ultraviolet (UV).....	391
22.3.1	Transitions dans l'ultraviolet	392
A.	Transition $\sigma \rightarrow \sigma^*$	392
B.	Transition $\pi \rightarrow \pi^*$	393
C.	Transitions $\eta \rightarrow \sigma^*$	394
D.	Transitions $\eta \rightarrow \pi^*$	394
22.3.2	Absorptions caractéristiques	395
A.	Chromophores isolés	396
B.	Polyènes conjugués	398
C.	Carbonyles conjugués	400
D.	Composés aromatiques	402
22.3.3	Appareillage	404
A.	Source	405
B.	Compartiment et cuves à échantillons.....	407
C.	Système de mesure	407
22.3.4	Applications	408

CHAPITRE 23 – RÉSONANCE MAGNÉTIQUE NUCLÉAIRE DU PROTON, ^1H

23.1	Orientation d'un noyau atomique dans un champ magnétique externe ...	413
23.2	Appareillage	418
23.3	Blindage des noyaux	420
23.4	Déplacement chimique	421
23.5	Déplacements chimiques de quelques types de protons	425
23.6	Couplage spin-spin	437
23.6.1	Ordres de couplages	441
23.6.2	Systèmes A_nX_p	443
23.6.3	Systèmes $A_nM_mX_x$	447
23.6.4	Couplage AB.....	450
23.6.5	Méthodes de simplification des spectres.....	452
23.6.6	Intensité des couplages	453
23.7	Conseils pour l'interprétation de spectres de produits inconnus.....	455
23.8	Utilisation de la RMN pour l'analyse quantitative	460
23.9	Bibliographie.....	460

CHAPITRE 24 – ANALYSE QUALITATIVE PAR VOIE CHIMIQUE

24.1	État physique.....	461
24.2	Analyse élémentaire	465
24.3	Classification fonctionnelle par des tests de solubilité	471
24.4	Tests des groupements fonctionnels	474

24.4.1	Alcools	475
24.4.2	Aldéhydes et cétones	477
24.4.3	Acides carboxyliques	480
24.4.4	Amines	483
24.4.5	Alcènes	487
24.4.6	Phénols	487
24.4.7	Esters	488
24.4.8	Composés nitrés	489
24.4.9	Halogénures d'alkyle	489
24.4.10	Nitriles et amides	490
24.5	Préparation de dérivés cristallisés	491
24.5.1	Aldéhydes et cétones	491
24.5.2	Alcools	494
24.5.3	Acides carboxyliques	497
24.5.4	Amines	500

TROISIÈME PARTIE – PRÉPARATIONS

CHAPITRE 25 – HALOGÉNATION PAR SUBSTITUTION

NUCLÉOPHILE..... 505

25.1	Introduction	505
25.2	Partie expérimentale	507
25.2.1	Préparation du chloro-2 méthyl-2 propane (chlorure de tertiobutyle)	507
25.2.2	Préparation du bromo-2 butane (bromure de sec-butyle)	510
25.2.3	Préparation du bromo-1 butane (bromure de n-butyle)	512

CHAPITRE 26 – RÉACTIONS DE FRIEDEL ET CRAFTS – ALKYLATION ET ACYLATION DES ARÈNES 517

26.1	Introduction	517
26.2	Partie expérimentale	521
26.2.1	Préparation du méthyl-2 phényl-2 propane (tertiobutylbenzène)	521
	A. Méthode au chlorure d'aluminium	522
	B. Méthode au chlorure de fer III.	523
26.2.2	Préparation de la méthyl-4 acétophénone (acétyl-4 toluène, p-méthylacétophénone)	525
	A. Méthode à l'anhydride acétique	525
	B. Méthode au chlorure d'acétyle	526
26.2.3	Préparation de l'acide benzoyl-3 propanoïque	529

CHAPITRE 27 – NITRATION EN SÉRIE AROMATIQUE 533

27.1	Introduction	533
27.2	Partie expérimentale	535
27.2.1	Préparation du bromo-4 nitrobenzène	535
27.2.2	Préparation du N-(nitro-4 phényl)-éthanamide (p-nitroacétanilide, nitro-4 acétanilide)	538

27.2.3	Préparation du nitro-3 benzoate de méthyle	541
CHAPITRE 28 – SULFONATION EN SÉRIE AROMATIQUE ...		545
28.1	Introduction	545
28.2	Partie expérimentale	551
28.2.1	Préparation de l'acide amino-4 benzènesulfonique (acide sulfanilique)	551
28.2.2	Préparation du chlorure d'acétamino-4 benzènesulfonyle (chlorure de N-acétylsulfanyle)	554
28.2.3	Préparation du méthyl-4 benzènesulfonate de sodium (p-toluènesulfonate de sodium)	556
CHAPITRE 29 – ESTÉRIFICATION		561
29.1	Introduction	561
29.2	Partie expérimentale	564
29.2.1	Préparation de l'éthanoate de méthyl-3 butyle (acétate de méthyl-3 butyle ou acétate d'isopentyle)	564
29.2.2	Préparation de l'hexanedioate d'éthyle (adipate d'éthyle)	567
29.2.3	Préparation du benzoate de méthyle	570
29.2.4	Préparation de l'hydroxy-2 benzoate de méthyle (salicylate de méthyle)	572
CHAPITRE 30 – ACÉTYLATION		577
30.1	Introduction	577
30.2	Partie expérimentale	578
30.2.1	Préparation de l'acide acétoxy-2 benzoïque (acide acétylsalicylique ou aspirine)	578
30.2.2	Préparation de la N-phényléthanamide (acétanilide)	581
	A. Méthode en milieu aqueux	582
	B. Méthode en milieu anhydre	583
CHAPITRE 31 – HYDROLYSE		587
31.1	Introduction	587
31.2	Partie expérimentale	592
31.2.1	Préparation de la nitro-4 aniline	592
	A. Méthode par hydrolyse basique	595
	B. Méthode par hydrolyse acide	595
31.2.2	Préparation d'un savon	598
CHAPITRE 32 – OXYDATION		601
32.1	Introduction	601
32.2	Partie expérimentale	605
32.2.1	Préparation du propanal (propionaldéhyde)	605
32.2.2	Préparation de la butanone (méthyléthylcétone)	608

32.2.3	Préparation de l'acide hexanedioïque (acide adipique)	612
32.2.4	Préparation de l'acide chloro-4 benzoïque (acide p-chlorobenzoïque)	615
CHAPITRE 33 – RÉDUCTION		619
33.1	Introduction	619
33.2	Partie expérimentale	623
33.2.1	Préparation du pentanol-3	623
33.2.2	Préparation du méthyl-3 cyclohexanol	626
33.2.3	Préparation de l'amino-4 toluène (p-toluidine)	629
CHAPITRE 34 – RÉACTIONS DES SELS D'ARYLDIAZONIUM		635
34.1	Introduction	635
34.1.1	Préparation des sels d'aryldiazonium	635
34.1.2	Utilisation des sels d'aryldiazonium	636
	A. Réactions de substitution avec départ d'azote	637
	B. Réactions sans départ d'azote	640
34.2	Partie expérimentale	643
34.2.1	Préparation du chloro-4 toluène (p-chlorotoluène)	643
	A. Méthode de SANDMEYER	644
	B. Méthode de GATTERMANN	646
34.2.2	Préparation du méthyl-4 phénol (p-crésol)	649
34.2.3	Préparation de l'hélianthine (méthylorange)	651
CHAPITRE 35 – DÉSHYDRATATION		655
35.1	Introduction	655
35.2	Partie expérimentale	656
35.2.1	Préparation du cyclohexène	656
35.2.2	Préparation du méthyl-2 butène-2 (mélangé avec un peu de méthyl-2 butène-1)	659
CHAPITRE 36 – CONDENSATION DES COMPOSÉS CARBONYLÉS		663
36.1	Introduction	663
36.1.1	Aldolisation et cétoisation	664
36.1.2	Condensation de CLAISEN	669
36.1.3	Réaction de benzoïnation	672
36.2	Partie expérimentale	674
36.2.1	Préparation du méthyl-2 pentène-2 al	674
36.2.2	Préparation de la diphenyl-1, 5 pentadiène-1, 4 one-3 (cinnamone ou dibenzalacétone)	677
36.2.3	Préparation de l'oxo-3 butanoate d'éthyle (acétylacétate d'éthyle)	680
36.2.4	Préparation de l'α-hydroxybenzylphénylcétone (benzoïne)	683

CHAPITRE 37 – RÉACTION DE CANNIZZARO	687
37.1 Introduction	687
37.2 Partie expérimentale	688
37.2.1 Préparation de l'alcool benzylique et de l'acide benzoïque	688
37.2.2 Préparation de l'alcool furfurylique et de l'acide furoïque	693
CHAPITRE 38 – RÉACTIONS DE GRIGNARD	699
38.1 Introduction	699
38.2 Partie expérimentale	704
38.2.1 Préparation du pentanol-3	704
38.2.2 Préparation du méthyl-2 hexanol-2	707
38.2.3 Préparation de l'acide pentanoïque (acide valérique)	710
38.2.4 Préparation du triphénylméthanol (triphénylcarbinol)	715
CHAPITRE 39 – SYNTHÈSE D'HÉTÉROCYCLES AZOTÉS	719
39.1 Introduction	719
39.1.1 Hétérocycles à cinq atomes	719
39.1.2 Hétérocycles à six atomes	723
39.2 Partie expérimentale	727
39.2.1 Préparation de la quinoléine	727
39.2.2 Préparation du diphenyl-2, 3 benzodiazine-1, 4 (diphenyl-2, 3 quinoxaline)	730
CHAPITRE 40 – RÉACTIONS DE DIELS ET ALDER	733
40.1 Introduction	733
40.2 Partie expérimentale	737
40.2.1 Préparation de l'anhydride diméthyl-4, 5 cyclohexène-4 dicarboxylique-1, 2 (anhydride diméthyl-4, 5 tétrahydro-1, 2, 3, 6 phtalique)	737
QUATRIÈME PARTIE – SYNTHÈSES EN PLUSIEURS ÉTAPES	
CHAPITRE 41 – SYNTHÈSE DU BROMO-2 PHÉNYL-1 ÉTHÈNE (β-BROMOSTYRÈNE OU JASMIN SYNTHÉTIQUE)	741
41.1 Introduction	741
41.2 Partie expérimentale	742
41.2.1 Préparation de l'acide trans-phényl-3 propénoïque (acide trans-cinnamique ou trans β-phénylacrylique)	742
41.2.2 Préparation de l'acide dibromo-2, 3 phényl-3 propanoïque	746
41.2.3 Préparation du β-bromostyrène	748

CHAPITRE 42 – SYNTHÈSE DU MÉTHOXY-2 ALLYL-6 PHÉNOL (o-eugénol) 751

42.1	Introduction	751
42.2	Partie expérimentale	751
42.2.1	Préparation du méthoxy-2 allyloxybenzène (éther allylique du gaïacol)	751
42.2.2	Préparation du méthoxy-2 allyl-6 phénol (ortho eugénol)	754

CHAPITRE 43 – SYNTHÈSE DE L'AMINO-4 BENZÈNESULFONAMIDE (sulfanilamide) 757

43.1	Introduction	757
43.2	Partie expérimentale	758
43.2.1	Préparation de l'aniline	758
43.2.2	Préparation du N-phényléthanamide (acétanilide)	760
43.2.3	Préparation du chlorure d'acétamido-4 benzènesulfonyle (chlorure de N-acétylsulfanilyle)	762
43.2.4	Préparation de l'acétamido-4 benzènesulfonamide (N-acétylsulfanilamide)	762
43.2.5	Préparation de l'amino-4 benzènesulfonamide (sulfanilamide) ..	764

CHAPITRE 44 – SYNTHÈSE DU TRIBROMO-1, 3, 5 BENZÈNE 767

44.1	Introduction	767
44.2	Partie expérimentale	768
44.2.1	Préparation de la tribromo-2, 4, 6 aniline	768
44.2.2	Préparation du tribromo-1, 3, 5 benzène	770

CHAPITRE 45 – SYNTHÈSE DE L'AMINO-4 BENZOATE D'ÉTHYLE (benzocaïne) 775

45.1	Introduction	775
45.2	Partie expérimentale	776
45.2.1	Préparation de l'acide nitro-4 benzoïque	776
45.2.2	Préparation du nitro-4 benzoate d'éthyle	779
45.2.3	Préparation de l'amino-4 benzoate d'éthyle	781

CHAPITRE 46 – SYNTHÈSE DU CYCLOPENTANOL 785

46.1	Introduction	785
46.2	Partie expérimentale	785
46.2.1	Préparation de l'acide hexanedioïque (acide adipique)	785
46.2.2	Préparation de la cyclopentanone	786
46.2.3	Préparation du cyclopentanol	788

- mise au point d'un procédé qui, après étude dans des installations pilotes, pourra être éventuellement exploité dans une unité de production industrielle ;
- amélioration technique d'une partie d'un procédé industriel en exploitation.

1.3 LABORATOIRES DE PETITE FABRICATION

Certains laboratoires sont spécialisés dans la fabrication de petites quantités de composés, souvent de grande pureté, dont la synthèse est délicate et la demande limitée. Il peut s'agir de composés utilisés dans des préparations pharmaceutiques, des compositions de parfums ou comme références analytiques.

Suivant les entreprises, la mise au point des procédés est effectuée sur place ou dans un laboratoire spécialement affecté à la recherche.