

# Comment rédiger le rapport expérimental ?

Vincent Croué

École Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL)  
Institute of Materials (IMX)  
Laboratory of Macromolecular and Organic Materials (LMOM)

EPFL – STI – IMX – LMOM  
Building MXG 040, Station 12  
1015 Lausanne, Switzerland

[vincent.croue@epfl.ch](mailto:vincent.croue@epfl.ch)

- 3 pages A4 (disponible sur Moodle)
- Vous devez seulement remplir le document, avec un **STYLO**
- 1ère page : à remplir **AVANT** de commencer les manipulations
- 2ème page : partie expérimentale
- 3ème page : conclusion, synthèse des résultats et analyse du composé synthétisé



# Exemple: synthèse de l'acide hippurique

NE PAS OUBLIER LES NOMS !

Les masses, volumes et quantités de matières doivent être reportés uniquement lorsque cela est nécessaire

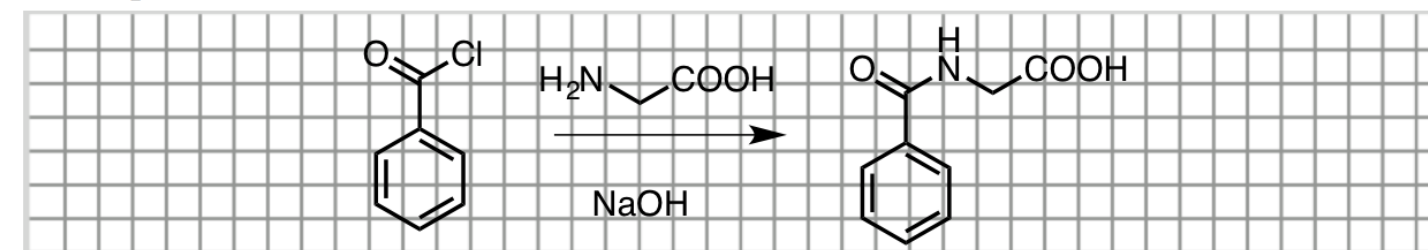
Combiner les phrases, si possible...

|                                   |
|-----------------------------------|
| Date : 10/11/2016                 |
| Assistant (e) :                   |
| Nom, Prénom : DUPONT, Jean-Pierre |
| Nom, Prénom : MARTIN, Olivier     |
| N° : XX                           |

|                |
|----------------|
| Signature(s) : |
|----------------|

## Synthèse : Synthèse de l'acide hippurique

### Equation bilan



Nom du mécanisme réactionnel : Addition-élimination, amidation

| Produits chimiques                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | Masse Molaire (g.mol <sup>-1</sup> ) | Moles, g, mL                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | Symboles de sécurité | Phrases R/S (n°)                                 |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|--------------------------------------------------|
| Chlorure de benzoyle                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | 140.57                               | 33 mmol, 4,6 g, 3,8 mL                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | Toxique et corrosif  | R : 22, 23, 34, 36, 37, 38, 45 ; S : 1/2, 26, 45 |
| Glycine                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | 75.07                                | 33 mmol, 2,5 g                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |                      |                                                  |
| Hydroxyde de sodium                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | 40                                   | Excess, 25 mL (10%)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | Corrosif             | R : 35 ; S : 1/2, 26, 37/39, 45                  |
| Acide chlorhydrique                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | 36.5                                 | Qq gouttes (2 M)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | Corrosif             | R : 34, 37 ; S : 26, 36, 45                      |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |                                      |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   |                      |                                                  |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |                                      |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   |                      |                                                  |
| Phrases R : 22, <b>Nocif</b> en cas d'ingestion ; 23, <b>Toxique</b> par inhalation ; 34, Provoque des <b>brûlures</b> ; 35, Provoque de <b>graves brûlures</b> ; 36, <b>Irritant</b> pour les yeux ; 37 <b>Irritant</b> pour les voies respiratoires ; 38, <b>Irritant</b> pour la peau ; 45, Peut <b>provoquer le cancer</b> . |                                      | Phrases S : 1/2, <b>Conserver sous clé et hors de la portée des enfants</b> ; 26, <b>En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement puis consulter un ophtalmologiste</b> ; 36, Porter un vêtement de protection approprié ; 37, Porter des gants appropriés ; 39 ; Porter un appareil de protection des yeux/du visage approprié ; 45, <b>En cas d'accident ou de malaise consulter immédiatement un médecin et lui montrer l'emballage ou l'étiquette</b> |                      |                                                  |

## Introduction :

- quel est le but du TP
- quelle est l'approche utilisée ?

## Mode opératoire (+ observations):

- comment est-ce que cela a été réalisé ?

Ecrire au passif, et au passé

Dessiner la chromatographie sur  
couche mince (CCM ou TLC en  
anglais) correspondant à la réaction,  
donner le  $R_f$

## Introduction :

## Mode opératoire et observations expérimentales :

# Exemple: synthèse de l'acide hippurique

## Ne pas recopier ou traduire le protocole !!

- Introduire le TP en 2-3 phrases
- Mode opératoire :
  - Quelle verrerie est utilisée pour la réaction (contenant principal, volume)
  - Quels réactifs sont utilisés
  - Dans quel ordre les réactifs sont ajoutés
  - Quelle est la température de la réaction
  - Agitation?
  - Le temps de réaction (pas nécessairement celui indiqué dans le protocole)
  - Comment met-on fin à la réaction (quenching) ?
  - Décrire les étapes de filtration et lavages/extractions nécessaires (workup) (le cas échéant)
  - Purification du produit final
  - Rendement de la réaction
  - Aspect et couleur du produit

### Introduction :

Lors de cette séance de TP, il nous est proposé de réaliser la synthèse de l'acide hippurique par amidation. La réaction aura lieu entre le chlorure de benzoyle et de glycine, en milieu basique. Le produit sera isolé dans un premier temps par précipitation, puis purifié par recristallisation dans l'eau. L'analyse du point de fusion du produit synthétisé permettra d'en évaluer la pureté.

### Mode opératoire et observations expérimentales :

Dans un tricol de 250 mL équipé d'un thermomètre et d'un réfrigérant, la glycine (2,5 g, 33 mmol) a été dissoute par petites portions dans une solution de NaOH (25 mL, 10%) sous vive agitation magnétique. Après dissolution complète de la glycine, le chlorure de benzoyle (3,8 mL, 33 mmol) est ajouté goutte à goutte à l'aide d'une ampoule à addition. L'avancement de la réaction a été suivi par température. La température a augmenté rapidement jusqu'à 45°C, puis la température est redescendue doucement à la température ambiante. Des morceaux de glace ont été ajoutés pour stopper la réaction. La solution a été ensuite acidifiée à un pH de 1-2 (test avec papier pH) par une solution d'acide chlorhydrique (2 M). Un précipité blanc s'est alors formé, a été filtré sur Büchner puis lavé avec un peu d'eau froide. Le produit brut (7,4 g, R = 116 %) a été purifié par recristallisation dans l'eau (100 mL). Après filtration sur Büchner puis séchage des cristaux blancs à l'étuve (100°C), le point de fusion de l'acide hippurique (5,2 g, R = 82 %) a été déterminé ( $T_f = 186-188\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

.....  
.....  
.....  
.....  
.....

- Conclure sur la séance (produit synthétisé, mécanisme impliqué, pureté, rendement, ...)
- Synthèse des résultats :  
Masses théoriques et masses obtenues des produits bruts et purifiés et les rendements correspondant
- Analyse :
  - Point de fusion : gamme de température
  - RMN : décrire les signaux du produit (déplacement chimique, constante de couplage, multiplicité, équivalence)
  - Spectrométrie de masse : pic moléculaire, fragments (le cas échéant), ...
  - UV-vis :  $\lambda_{\text{max}}$ , coefficient d'extinction molaire ...

### Conclusion :

[illegible]

**Tableau des résultats :**

Nom du produit : .....

|                        | <u>Qté (g)</u><br>théorique | <u>Qté (g)</u><br>obtenue | Rendement (%) |
|------------------------|-----------------------------|---------------------------|---------------|
| <b>Produit brut</b>    |                             |                           |               |
| <b>Produit purifié</b> |                             |                           |               |

**Analyses (Point de fusion, RMN, Spectrométrie de masse, UV-Vis,...) :**

A series of horizontal dashed lines for writing.

Déterminer le point de fusion soi-même et analyser les spectres fournis (RNM, MS, etc.) par les assistants

**Conclusion :**  
Lors de cette séance de TP, nous avons synthétisé l'acide hippurique (molécule présente dans l'urine de cheval, d'où son nom), par une réaction d'amidation du chlorure de benzoyle. Ce produit a été obtenu, après recristallisation, avec un rendement de 73 % et la pureté du produit a pu être considérée comme bonne après mesure du point de fusion (186-188°C) et analyse RMN (proton).

**Tableau des résultats :**  
Nom du produit : Acide hippurique ou acide benzoylaminoacétique

|                 | Qté (g)<br>théorique | Qté (g)<br>obtenue | Rendement<br>(%) |
|-----------------|----------------------|--------------------|------------------|
| Produit brut    | 5,9 g                | 7,4 g              | 125 %            |
| Produit purifié | 5,9 g                | 4,3 g              | 73 %             |

**Analyses (Point de fusion, RMN, Spectrométrie de masse, UV-Vis, ...)** :

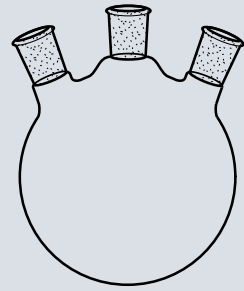
Le point de fusion du produit final a été déterminé sur trois échantillons distincts. La gamme de point de fusion déterminé est de 186-188 °C (littérature : 187-188°C) ce qui témoigne du bon degré pureté du produit synthétisé.

L'analyse RMN <sup>1</sup>H du produit dans le DMSO-D<sub>6</sub> a également permis de conclure que la réaction d'amidation s'est bien déroulée par l'observation de l'apparition du signal caractéristique des protons amides (-NH, 8.2 ppm). En outre, l'entier des réactifs de départ a été consommé et aucune formation de produits indésirables n'a été observée.

.....  
.....  
.....  
.....  
.....

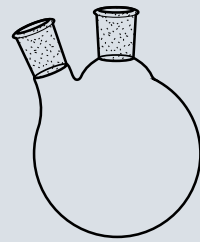
# Verrerie/Glassware

## Round bottom flasks Ballons à fond rond



Three neck round  
bottom flask

Tricol



Two neck round  
bottom flask

Bicol



Single neck round  
bottom flask

Ballon

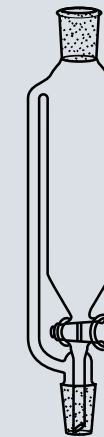


## Funnels



Separating  
funnel

Ampoule à  
décanter



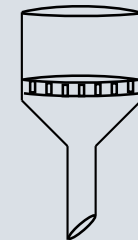
Dropping  
funnel

Ampoule à  
addition  
isobare



Funnel

Entonnoir



Büchner funnel

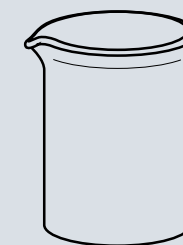
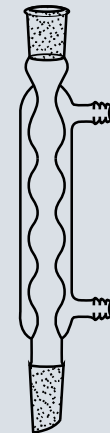
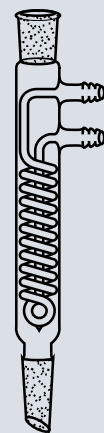
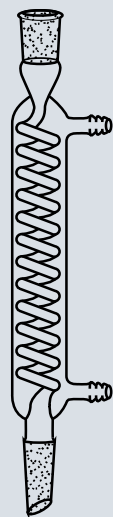
Büchner



fritate

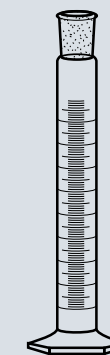
Fritté

## Condensers Réfrigérant



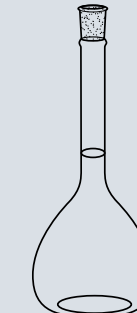
Beaker

Bécher



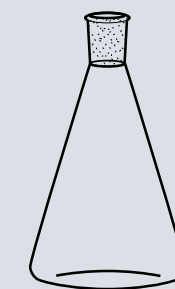
Graduated  
column

Eprouvette  
ou cylindre  
gradués



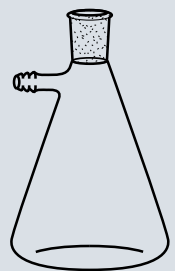
Volumetric  
flask

Fiole jaugée



Erlenmeyer

Erlenmeyer



Filtering flask

Fiole à vide



Drysin