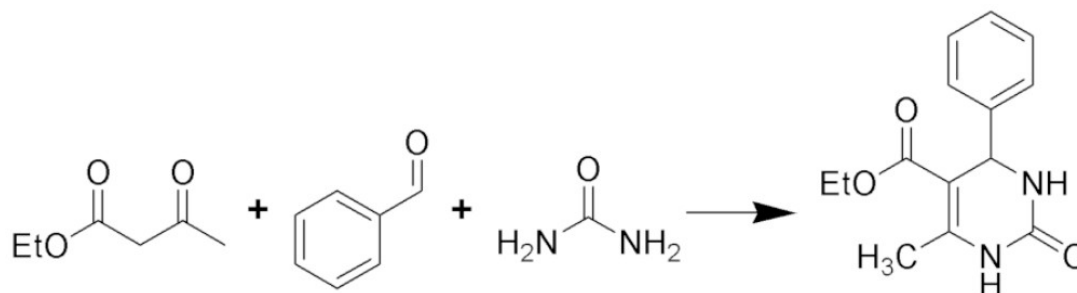


	APP	ANA	REA	VAL	COM	SECU

• La réaction de Biginelli est une réaction « multi-composant » réalisée en « one-pot » : tous les réactifs sont placés en même temps dans le milieu réactionnel et vont réagir ensemble, en plusieurs étapes, afin de former une molécule de structure assez complexe. L'avantage de ce type de réaction est qu'il n'y a pas à intervenir pour réaliser des extractions lors des étapes intermédiaires, le produit final est obtenu directement.

• Cette réaction crée des 3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-ones à partir de l'[acétoacétate d'éthyle](#), d'un [aldéhyde aromatique](#) (tel que le [benzaldéhyde](#)), et l'[urée](#). Elle est nommée d'après le [chimiste italien Pietro Biginelli](#).



• Les dihydropyrimidinones, obtenues par la réaction de Biginelli, sont largement utilisés dans l'industrie pharmaceutique, notamment en tant qu'inhibiteurs calciques ou agents anti-hypertension artérielle.

Doc. 1 Rôle d'une espèce chimique dans la synthèse et précision du prélèvement

- Un réactif en défaut doit être introduit avec précision de sorte à pouvoir calculer le rendement de la réaction.

Une balance de précision ou une pipette jaugée doivent alors être systématiquement utilisées. Les récipients de pesée et les entonnoirs doivent être rincés avec le solvant pour assurer un transfert quantitatif.

Il est parfois nécessaire de peser les liquides.

- Un réactif en excès, un solvant ou un catalyseur peuvent être introduits moins précisément.

Une balance de pesée grossière ou une pipette graduée sont alors employées. L'éprouvette graduée est généralement réservée à l'ajout du solvant.

Manipulation

- Dans un ballon de 100 mL correctement équipé pour un montage à reflux, introduire :

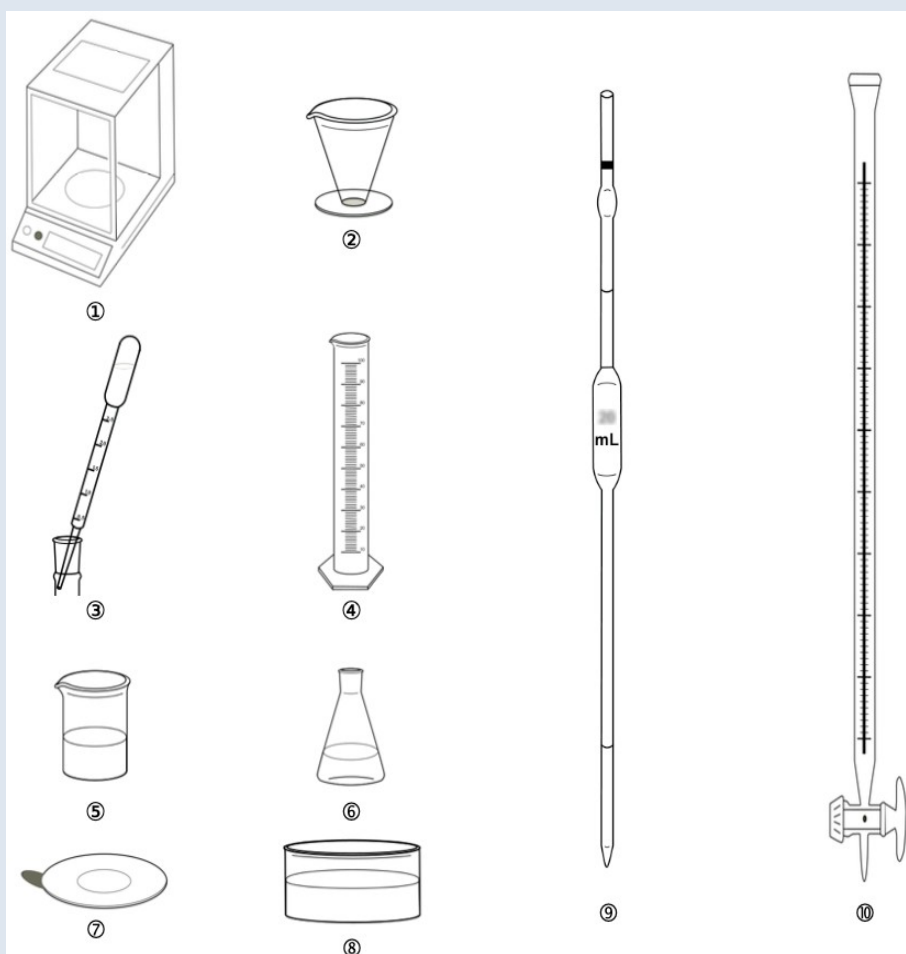
- ↳ Précisément environ 1,9 g d'urée
- ↳ 3,3 mL de benzaldéhyde qui est le réactif en défaut
- ↳ 6 mL d'acétoacétate d'éthyle qui est un réactif en excès
- ↳ 25 mL d'éthanol qui le solvant de travail
- ↳ 10 gouttes d'acide chlorhydrique concentré qui est le catalyseur

- Chauffer à reflux pendant 1 h 30, puis refroidir dans un bain de glace.

 Doc. 2 : extrait des douze principes de la chimie verte

1. La prévention de la pollution à la source en évitant la production de résidus.
2. L'économie d'atomes et d'étapes qui permet de réaliser, à moindre coût, l'incorporation de fonctionnalités dans les produits recherchés tout en limitant les problèmes de séparation et de purification.
3. La conception de synthèses moins dangereuses grâce à l'utilisation de conditions douces et la préparation de produits peu ou pas toxiques pour l'homme et l'environnement.
4. La conception de produits chimiques moins toxiques avec la mise au point de molécules plus sélectives et non toxiques [...].
5. La recherche d'alternatives aux solvants polluants et aux auxiliaires de synthèse.
6. La limitation des dépenses énergétiques avec la mise au point de nouveaux matériaux pour le stockage de l'énergie et la recherche de nouvelles sources d'énergie à faible teneur en carbone.
7. L'utilisation de ressources renouvelables à la place des produits fossiles [...].
8. La réduction du nombre de dérivés en minimisant l'utilisation de groupes protecteurs ou auxiliaires.
9. L'utilisation des procédés catalytiques de préférence aux procédés stœchiométriques avec la recherche de nouveaux réactifs plus efficaces et minimisant les risques en terme de manipulation et de toxicité [...].
10. La conception des produits en vue de leur dégradation finale dans des conditions naturelles ou forcées de manière à minimiser l'incidence sur l'environnement.
11. La mise au point des méthodologies d'analyses en temps réel pour prévenir la pollution, en contrôlant le suivi des réactions chimiques [...].
12. Le développement d'une chimie fondamentalement plus sûre pour prévenir les accidents, explosions, incendies et émissions de composés dangereux.

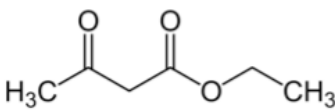
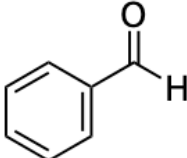
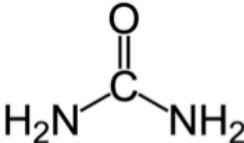
 Doc. 3 : Verrerie et matériel à disposition

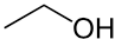


1. Lire intégralement le protocole de la manipulation.
2. Calculer la masse correspondant à 3,3 mL de benzaldéhyde. La relation entre la masse m , le volume V et la densité d est : $m = d \times \rho_0 \times V$ avec $\rho_0 = 1 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$
3. Réaliser le montage et le faire vérifier par le professeur.
4. À quel moment faut-il déclencher le chronomètre ?
5. Faire le schéma du montage.
6. Que peut bien vouloir dire « précisément environ » ?
7. Nommer les matériels et instruments de verrerie du document 3.
8. Indiquer le matériel à utiliser pour prélever chacun des réactifs du mode opératoire proposé dans la manipulation. Vous pouvez établir un tableau de ce type :

Réactif	Rôle dans la transformation	Méthode de prélèvement	Justification	Q ^{te} prélevée
Urée				
Benzaldéhyde				
Acétoacétate d'éthyle				
Éthanol				
Acide chlorhydrique concentré				

9. Quelle est la température du milieu réactionnel au reflux du solvant ?
10. Que signifie « réactif en défaut » ou « réactif limitant » ?
11. En vous aidant du document 2, lister les principes de la chimie verte respectés par le protocole proposé.

	Acétoacétate d'éthyle	Benzaldéhyde	Urée
Formules	$C_6H_{10}O_3$	C_6H_5CHO	CH_4N_2O
			
Densité (25 °C)	1,03	1,04	1,34
Aspect	Liquide incolore	Liquide incolore	Cristaux blanc
Sécurité			
	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.	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.	

	Éthanol	Acide chlorhydrique
Formules	C_2H_5OH	HCl
		
Densité (25 °C)	0,789	1,19
Température d'ébullition	78,4 °C	
Aspect	Liquide incolore	Liquide légèrement jaunâtre
Sécurité		
	Tenir à l'écart de la chaleur, des surfaces chaudes, des étincelles, des flammes nues et de toute autre source d'inflammation. Ne pas fumer. 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.	Porter des gants de protection/ des vêtements de protection/ un équipement de protection des yeux/ du visage. EN CAS D'INGESTION : Rincer la bouche. NE PAS faire vomir. 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. EN CAS d'exposition prouvée ou suspectée : Appeler un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin immédiatement.