

Expérience # 6

Caractérisation des acides aminés

1. But

Le but de l'expérience consistera à caractériser des acides aminés à l'aide du pouvoir rotatoire et de la fabrication d'un produit dérivé.

2. Théorie

Les acides aminés peuvent être caractérisés par la formation d'un produit dérivé. Un dérivé commun pour cette classe de composés est un benzamide. Il se prépare par une réaction de substitution nucléophile sur carbonyle. La fonction amine de l'acide aminé est le nucléophile qui substituera le chlorure du chlorure de benzoyle. Il faut être prudent lorsque l'on manipule ce dernier réactif car il dégage des vapeurs corrosives de chlorure d'hydrogène lorsqu'il entre en contact avec l'eau.

Voici les caractéristiques de quelques acides aminés et de leurs dérivés :

Tableau # 1. Propriétés de quelques acides aminés

Acide aminé	Point de fusion (°C)	Pf du dérivé benzamide (°C)	$[\alpha]_D^{20}$
N-Phénylglycine	126	63	
Glycine	232	187	
Acide (±)-glutamique	227	156	
Acide (+)-glutamique	198	138	
(+)-lysine	224	150	
(±)-lysine		249	
Acide (+)-aspartique	272	185	
Acide (±)-aspartique	280	165	
(+)-valine	315	127	
(±)-valine	298	132	

Note : Les données (Pf) pour l'isomère (-) sont les mêmes que celles de l'isomère (+).

3. Mode opératoire

3.1 Détermination du pouvoir rotatoire

1. Préparez 25,00 mL d'une solution aqueuse de l'acide aminé dans les conditions qui vous seront indiquées au début de l'expérience.
2. Déterminez l'angle de déviation de la lumière polarisée à l'aide d'un polarimètre :
 - a. Allumez la source lumineuse et attendez qu'elle soit stable.
 - b. Tournez le vernier de façon à ajuster le zéro sur l'échelle circulaire.
 - c. Ajustez la lentille de la loupe de manière à ce que la démarcation entre les deux demi-cercles soit claire et fine et que la teinte des deux demi-cercles soit identique.
 - d. Notez la température de la solution de l'acide aminé (et sa concentration) et emplissez doucement la cellule propre et sèche du polarimètre par la plus petite section en utilisant une pipette pasteur jusqu'au débordement (il ne doit pas y avoir de bulles d'air). Notez que l'ordre de disposition des pièces doit être : cellule, lentille, joint d'étanchéité, bouchon.
 - e. Glissez doucement le disque de verre de façon à n'introduire aucune bulle d'air, ajoutez l'anneau d'étanchéité et vissez le système de fermeture (pas trop serré afin de ne pas briser le disque de verre).
 - f. Ouvrez la chambre de mesure de l'appareil et insérez le tube de mesure dans le polarimètre (notez le trajet optique, probablement 0,5, 1 ou 2 dm) en alignant la partie de plus grand diamètre vers le haut. Fermez la chambre de mesure afin d'éliminer la lumière ambiante. Observez.
 - Si la section foncée est à droite, le composé analysé est dextrogyre tandis que s'il est à gauche, il est lévogyre.
 - g. Tournez le filtre analyseur à l'aide du vernier dans la même direction que le sens de la rotation de la lumière (étape précédente) jusqu'à ce que les deux côtés soient d'une teinte identique (foncée).
 - h. Notez l'angle de rotation sur le vernier avec autant de précision que possible.

3.2 Préparation et caractérisation d'un dérivé benzamide

1. Pesez exactement environ 0,5 g de l'acide aminé dans une grande éprouvette ou prélevez une quantité équivalente de la solution préparée précédemment.
2. Ajoutez 10 mL de bicarbonate de sodium 10% p/v et mélangez jusqu'à dissolution complète. Si vous avez travaillé avec une solution préparée précédemment et qu'elle contenait de l'acide chlorhydrique, il faut neutraliser avec le bicarbonate de sodium solide et s'assurer que le volume total est 10-15mL. N'oubliez pas que le bicarbonate doit être en excès.
3. Ajoutez ensuite 1g de chlorure de benzoyle (procédez par la mesure d'un volume et non pas d'une masse... (masse volumique)) et agitez constamment sous une hotte pendant environ 10 minutes. Évitez de vous promener dans le laboratoire avec l'halogénure d'acyle. Attention au dégagement gazeux ☺.

4. Ajoutez quelques gouttes de l'indicateur rouge de congo et acidifiez le milieu en ajoutant une solution diluée de HCl (10 à 20%). Filtrez.
5. Lavez le solide avec une petite quantité d'éther diéthylique.
6. Recrystallisez dans l'eau ou dans une solution diluée d'éthanol. Vous pouvez utiliser un tube de Craig si vous le désirez. Filtrez et laissez sécher (par succion d'air).
7. Pesez si désiré et mesurez le point de fusion du solide.

4. Cahier de laboratoire

1. Titre de l'expérience
2. But
3. Principes à retenir
 - Écrivez ou collez les étapes qui vous permettront de reproduire l'expérience (les manipulations) en fin de session. Cette étape peut être effectuée pendant que vous réalisez l'expérience.
 - Trouvez les pouvoirs rotatoires des acides aminés présentés au tableau # 1. (Merck index)
4. Données et observations

5. Rapport de laboratoire

1. Page titre
2. Équations et mécanismes (2,5 pts)
 - synthèse du produit dérivé et production de l'impureté que l'on veut enlever par lavage avec l'éther.
3. Données et observations (2,5 pts)
4. Résultats (2,5 pts)
5. Discussion (2,5 pts)
 - Donnez deux raisons pour l'ajout du bicarbonate de sodium au début de la synthèse.
 - Rappelez et expliquez les résultats (commentez).