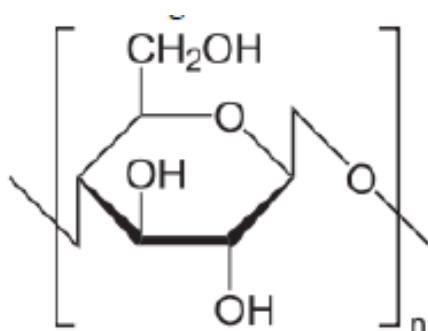


## TP: SYNTHÈSE DE BIOPOLYMERES

### I Synthèse de l'acétate de cellulose

#### 1. Présentation de la cellulose et l'acétate de cellulose

La cellulose est un polymère linéaire du D-glucose.



L'acétate de cellulose est un matériau polymère aux propriétés mécaniques remarquables et possédant une résistance chimique intéressante. Il a de multiples usages, notamment dans le domaine du sport.

#### 2. Protocole opératoire

- 1) Prendre 0.25 g de coton et l'introduire dans un ballon de 250 mL .
- 2) Ajouter un mélange de 7.5 mL d'acide acétique pur (conc) et de quelques gouttes d'acide sulfurique (conc)
- 3) Surmonter le ballon d'un réfrigérant et chauffer pendant 30 min à 60 - 70°C.
- 4) Refroidir le ballon avec de l'eau froide.
- 5) Puis, par le haut du réfrigérant, ajouter 7.5 mL d'anhydride acétique et continuer le chauffage pendant environ 30 min. A la fin de cette période de chauffage le coton doit être dissous et la réaction d'acétylation achevée.
- 6) Transférer la solution dans un bécher de 200 mL et ajouter 50 mL d'eau chaude en agitant constamment. L'acétate de cellulose précipite.
- 7) Ajouter ensuite 25 mL d'une solution de NaHCO<sub>3</sub> (5%).
- 8) Après refroidissement, filtrer le précipité de triacétate de cellulose sur Buchner et laver celui-ci à l'eau.
- 9) Sécher le polymère obtenu dans l'étuve.

#### 3. Questions

1. Rechercher des utilisations de l'acétate de cellulose dans le sport.
2. L'acide sulfurique est un catalyseur, quel est le rôle d'un catalyseur ?
3. Citer les réactifs et le produit de la réaction.
4. L'étape de synthèse nécessite un chauffage à reflux. Quel est l'intérêt de ce montage ? Le schématiser.
5. L'une des étapes nécessite un filtre Buchner : nommer cette étape. Quel est le rôle de ce montage ? quel est le rôle du lavage ?

### II Synthèse de la galalithe ou pierre de lait

#### 1. Présentation de la galalithe

La galalithe est inventée par A. Spitteler et W. Hirsche en 1897, qui déposent un brevet et s'approprient le terme. Le matériau est fabriqué à partir de la caséine extraite du lait écrémé ou du beurre, puis séchée et mélangée à du formol pour durcir.

On obtenait une matière facile à tourner, à polir, et les colorants mêlés à la masse lors de sa fabrication, produisaient de belles moirures. La galalithe a connu un immense succès et a été utilisée pour la fabrication de nombreux objets : articles de bureau et de parfumerie, boutons, poignées de porte, pions de jeux ... dans le Haut-Jura. Elle fut ensuite oubliée au profit de la bakélite.

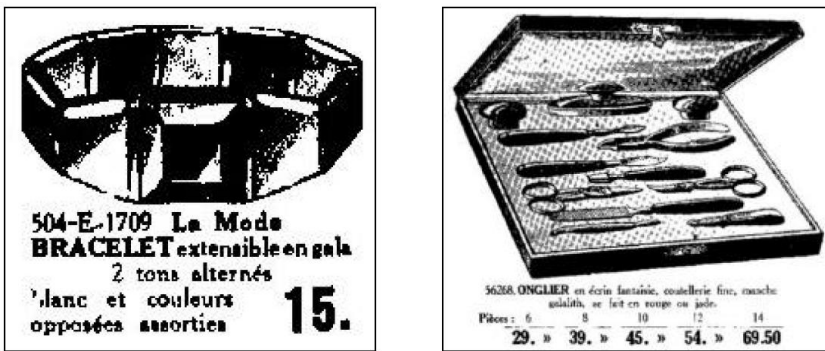


Figure 12 : Bracelet en gala et onglie en galalith, proposés dans un catalogue de vente [Aux Galeries Lafayette, 1933].

## 2. Protocole opératoire

Faire chauffer le lait dans un bécher sur plaque magnétique chauffante.

Avant l'ébullition, ajouter 3 cuillères à café de vinaigre.

=> On obtient alors un mélange solide.

Remarque : on peut donner de la couleur au solide en ajoutant quelques gouttes d'encre.

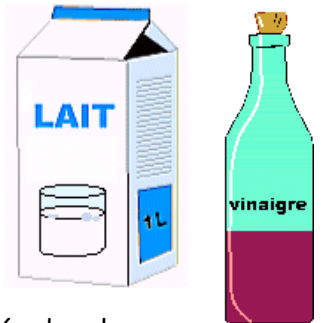
Placer le mélange à travers un filtre Buchner. Le laver plusieurs fois.

Le laisser s'égoutter et bien l'essorer.

Fabriquer les formes souhaitées avec cette masse et les poser sur une feuille.

Les passer à l'étuve à 60°C pendant plusieurs heures.

Vous avez alors obtenu une matière plastique du nom de galalithe qui fut largement fabriquée dans les années 20.



Son procédé d'obtention, découvert en 1889, a été affiné au début du siècle : un chimiste français, Jean-Jacques Trillat, trouve le moyen d'insolubiliser la caséine (protéine du lait) en y rajoutant du formol qui garantit donc sa conservation. La caséine représente environ trente grammes de matière par litre de lait. En la mélangeant à du formol et à divers colorants, on a donc obtenu le premier polymère artificiel, qui a été largement utilisé au début du siècle dans la fabrication de boutons, bijoux, stylos, fume-cigarettes, matériel électrique ...

*Avec de l'imagination vous pouvez créer pleins d'objets décoratifs, à vous de jouer ...*

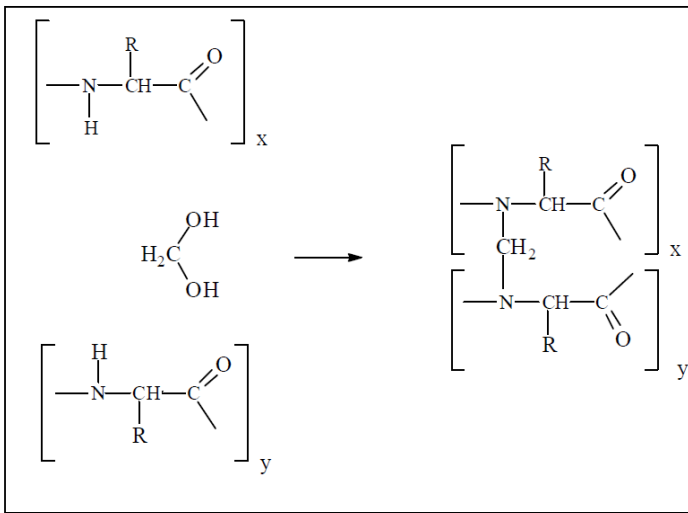


## 3. Propriétés et utilisations

La galalithe possède des propriétés remarquables. Elle est insoluble dans de nombreux réactifs, tels l'alcool et l'éther. Elle est ininflammable et possède une grande résistance à la chaleur : une température de plus de 150°C maintenue pendant plusieurs heures ne l'altère pas.

De plus, son prix de revient peu élevé en fait une matière rentable pour diverses applications industrielles. Elle imite la corne et surtout l'écaille, plus chère. Bien que la véritable galalithe soit faite avec de la caséine déminéralisée, la caséine brute a néanmoins été employée pour certains articles opaques et bon marché. En France, c'est à partir de 1905 que l'on trouve quelques objets fabriqués en galalithe, comme des éventails ou des accessoires de bureau (coupe-papier, porte-plume). Puis, à partir de 1910, la galalithe est principalement utilisée en mercerie pour la fabrication de boutons. Elle imite encore l'écaille, mais un large panel de couleurs est aussi proposé. Plus tard, à partir de 1918, les applications de la galalithe se diversifient. Il est possible d'acheter des épingles à chapeaux dans toutes les nuances de couleurs, des anneaux de bourses, des fermoirs de sacs et des garnitures de dragonne sont proposés en galalithe, ainsi que des manches de parapluie et des bracelets (catalogues Bon Marché, 1905 à 1920).

## 4. Structure et procédé de fabrication



Suivant la concentration en formol dans le bain, la matière sera plus ou moins lente à durcir : plus le bain est dilué, plus la matière est lente à durcir, mais elle durcit alors uniformément. C'est l'étape la plus importante et la plus délicate de la fabrication de la galalithe. La moindre variation de concentration du bain de formol ou de temps de trempage peut influencer sur le résultat final. Après le formolage, la galalithe est séchée.

### Questions

- 1) Identifier les groupes organiques caractéristiques des réactifs et du produit.
- 2) Pourquoi dit-on que la caséine du lait est constituée d'un ensemble d'acides aminés ?
- 3) Quel est le rôle joué par le formol ?
- 4) Citer des additifs ou adjuvants associés à la galalithe pour lui donner un nouvel aspect.

**TP n°5 : SYNTHÈSE DE BIOPOLYMERES****MATERIEL****DATE :****HEURE :****GROUPES : X****Synthèse de l'acétate de cellulose****Bureau**

2 balances

Acide acétique pur

Acide sulfurique concentré + compte goutte

Anhydride acétique

solution de NaHCO<sub>3</sub> (5%).

4 bec buchner au fond de la salle avec papier filtre

Etuve à 70°C

**paillasse**

coton

ballon de 250 mL + chauffage à reflux avec réfrigérant et chauffe ballon .

2 béchers

2 éprouvettes de 25 mL

Une coupelle

**Synthèse de la galalithe****Ingrédients**100 mL de lait  $\frac{1}{2}$  écrémé

10 mL d'acide acétique (vinaigre blanc)

**Matériel**

1 grand bécher gradué pour le lait et le mélange avec le vinaigre

1 spatule en verre

1 filtre (chaussette-collant à mailles très serrées)

1 pot (pour la filtration)

1 essoreuse à salade

1 moule (ou coupelle)

Agitateur magnétique chauffant avec aimant

papier absorbant