

Chapitre 9 : Synthèse d'espèces chimiques organiques

- Identifier les différentes étapes dans le protocole d'une synthèse
- Justifier, à partir des propriétés physico-chimiques des réactifs et des produits, le choix des méthodes d'isolement, de purification ou d'analyse
- Déterminer le rendement d'une synthèse
- Schématiser des dispositifs expérimentaux



I. Les étapes d'une synthèse en chimie organique

Le protocole expérimental d'une synthèse détaille l'ensemble des étapes et des manipulations à effectuer dans un ordre chronologique bien établi afin de « fabriquer » une molécule, puis de l'isoler :

- **Transformation** chimique
- **Extraction** et récupération de l'espèce chimique synthétisée (ou isolement)
- **Purification** de l'espèce chimique synthétisée
- **Analyse** de l'espèce chimique synthétisée

Avant de commencer une synthèse, il est important de se renseigner sur les différents réactifs et produits de la réaction ; on recherche alors leurs pictogrammes de danger et les consignes de sécurité associées.

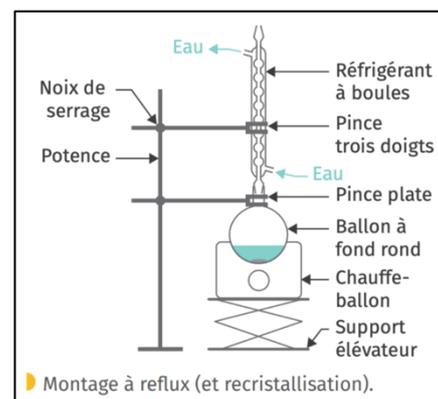
Dangers physiques				
 Explosif	 Inflammable	 Comburant	 Corrosif pour les métaux	 Gaz comprimé, liquéfié, dissout
Dangers pour la santé				Dangers pour l'environnement
Dangers aigus élevés		Danger chronique ou aigu moyen	Danger chronique élevé	 Milieu aquatique
 Toxique	 Corrosif pour la peau, les yeux	 Irritant, sensibilisant	 i) CMR, ii) STOT danger par aspiration	

1) Transformation

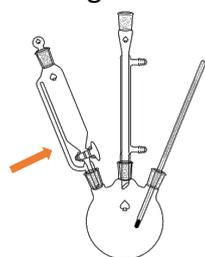
La première étape d'une synthèse chimique est la transformation. Au cours de cette étape, une réaction chimique a lieu : le produit souhaité est formé.

Selon les paramètres expérimentaux choisis, l'expérimentateur opte pour le montage à utiliser.

- ⇒ Le **montage à reflux** permet d'augmenter la température du milieu (pour accélérer la transformation) sans perte par évaporation. La réaction se déroule alors à la température d'ébullition du solvant et les vapeurs de ce dernier se condensent dans le réfrigérant. Des grains de pierre ponce régulent l'ébullition.



Montage à reflux (et recristallisation).



- ⇒ L'**agitation** homogénéise les concentrations et la température ; elle aide aussi à solubiliser les produits.

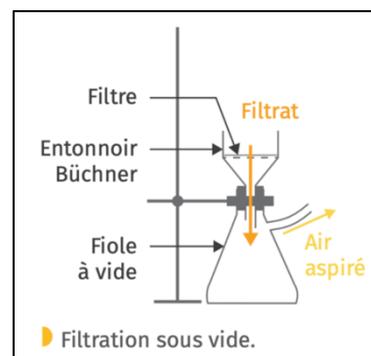
- ⇒ L'**ampoule de coulée** permet d'ajouter l'un des réactifs progressivement (pour limiter un échauffement nuisible par exemple).

2) Isolement

L'isolement consiste à séparer le produit du milieu réactionnel (réactifs n'ayant pas réagi, autres produits de la réaction, solvant, etc). Il conduit au produit brut.

Selon l'état physique du produit synthétiser, on utilise plusieurs techniques :

- La **filtration sous vide** si le produit est **solide**.
- L'**extraction liquide-liquide** s'il est **liquide**.



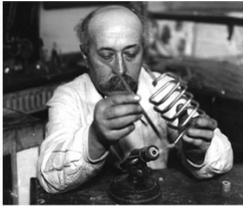
Filtration sous vide.

3) Purification

Il est souvent nécessaire de purifier le produit obtenu même si l'étape d'isolement est habituellement suivie d'un lavage de l'espèce extraite.

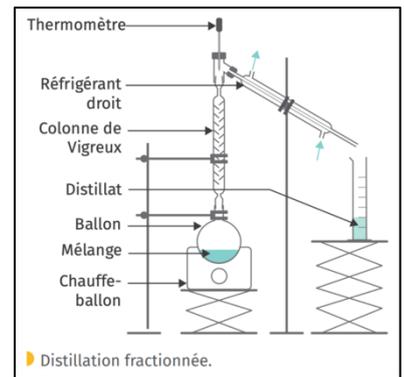
La méthode utilisée dépend de l'état physique du produit.

Henry Vigreux
(1869-1951)



Souffleur de verre français ayant inventé et donné son nom à la colonne de Vigreux.

- Pour un produit **liquide**, on peut effectuer une **distillation fractionnée** au cours de laquelle on chauffe le mélange dans le ballon grâce à un chauffe ballon. Les liquides vont, un par un en fonction de leur température d'ébullition, se transformer en vapeurs, la colonne de Vigreux qui surmonte le ballon permettant une meilleure séparation. Les vapeurs formées dans le ballon vont ensuite dans le réfrigérant qui les liquéfie.
- Pour un produit **solide**, on utilise la **recristallisation**. Elle permet d'éliminer les impuretés présentes dans un solide en jouant sur les différences de solubilité du produit et des impuretés dans un solvant en fonction de la température. Elle consiste en une dissolution d'un solide brut dans la quantité minimale d'un solvant bien choisi porté à ébullition. Le refroidissement lent du mélange entraîne la cristallisation du solide pur, tandis que les impuretés restent en solution dans le solvant. Le solide est ensuite isolé par filtration.



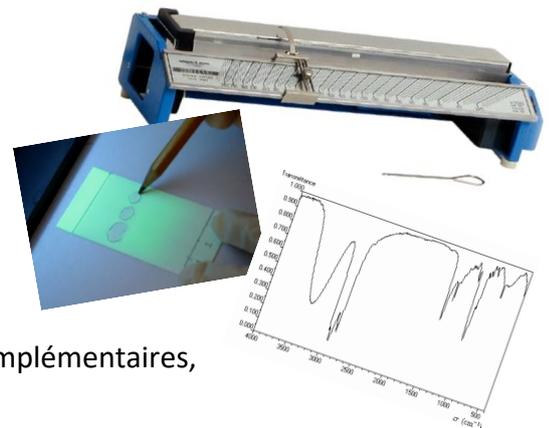
II. Analyse du produit obtenu

1) Identification

L'identification peut être effectuée par :

- **mesure des grandeurs physico-chimiques** : température de fusion au banc Köfler pour les solides, densité ou indice de réfraction pour les liquides ;
- **chromatographie** sur couche mince (CCM) ;
- **analyse spectroscopique** du produit (UV-visible, IR, RMN).

Chaque technique fournit des informations différentes, souvent complémentaires, pour caractériser le produit.



2) Calcul du rendement

C'est le rapport entre la quantité de matière de produit obtenue n_{produit} et la quantité de matière maximale qui pourrait théoriquement se former n_{max} :

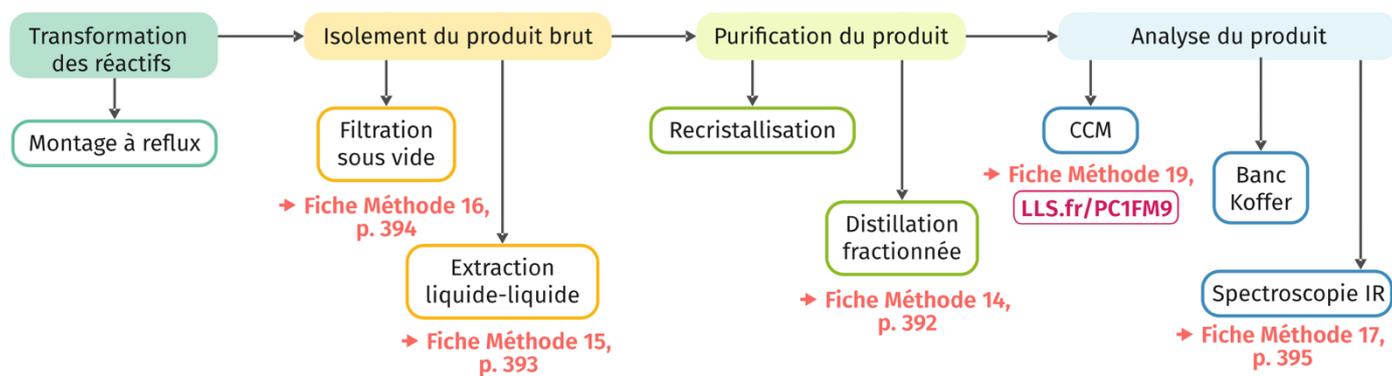
$$\text{sans unité} \longrightarrow \eta = \frac{n_{\text{produit}}}{n_{\text{max}}} \begin{matrix} \longleftarrow \text{en mol} \\ \longleftarrow \text{en mol} \end{matrix}$$

où n_{produit} est la quantité de matière de produit obtenue après purification et n_{max} est calculée pour un avancement maximal. On peut multiplier par 100 pour l'avoir en pourcentage.

Plusieurs raisons peuvent expliquer un rendement faible :

- la totalité du réactif limitant n'a pas été consommé ;
- des pertes de produit ont eu lieu lors des manipulations ;
- la réaction n'est pas totale, etc.

Résumé des différentes étapes d'une synthèse :



Ex : 9, 10, 12, 20, 21, 25 p 180 → 186

Ex supplémentaires : 11, (14, 15 ou 16), 17, 23, 24, 26 p 180 → 186