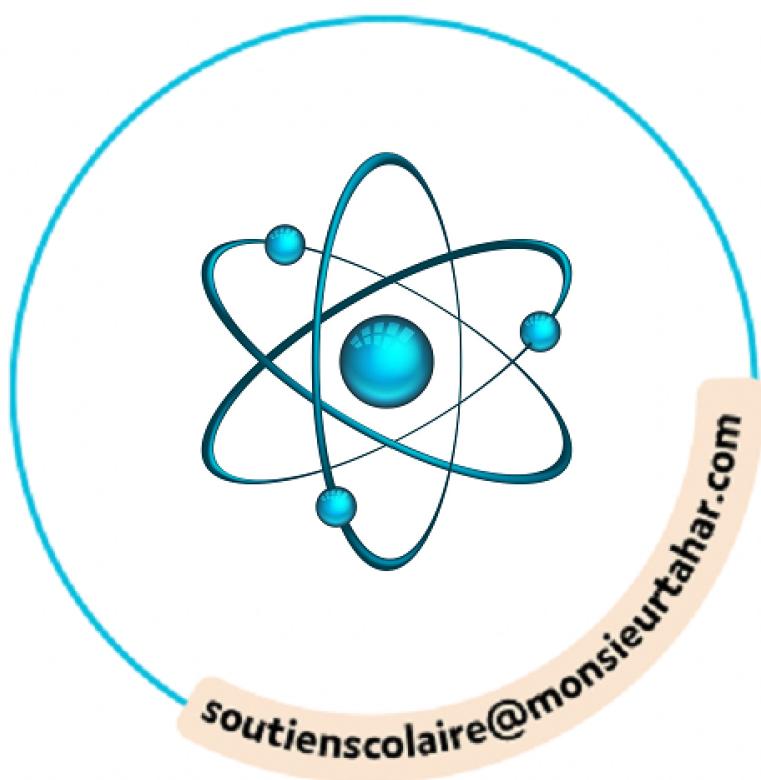


Stratégie de synthèse



CHAPITRE 12

I. La synthèse en chimie organique

Une synthèse en chimie organique comporte trois étapes :

- la réalisation de la synthèse avec l'élaboration préalable d'un protocole,
- l'isolement et la purification du produit synthétisé,
- l'analyse de ce produit.

Lors de ces différentes étapes, le chimiste doit faire des choix afin :

- d'avoir le meilleur rendement possible,
- de réduire les coûts et l'impact sur l'environnement,
- de travailler dans de bonnes conditions de sécurité.

Pour réaliser ces choix, la lecture des pictogrammes de sécurité ainsi que les caractéristiques physiques et chimiques des réactifs et des produits (température de fusion, d'ébullition, aspect physique, solubilité, densité ...) est absolument nécessaire.

Il faudra notamment choisir :

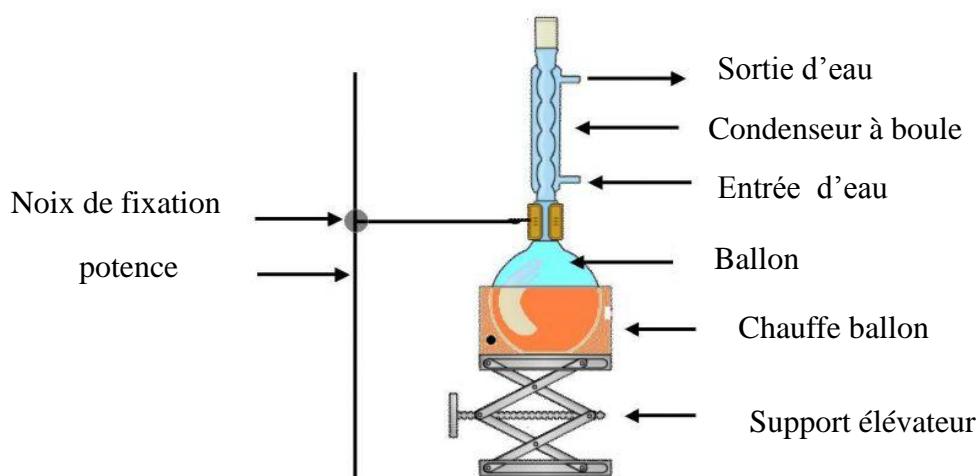
- les réactifs, leur quantité,
- le montage expérimental (verrerie adaptée, dispositif de filtration, balance ...),
- si on utilise ou non un catalyseur, un solvant (Si oui : lequel ?),
- s'il faut ou non chauffer (Si oui : Comment ?),
- si des gants, des lunettes, une hotte sont nécessaires.

II. Montage expérimental.

Très souvent la synthèse nécessite un **chauffage** afin d'accélérer la réaction, la température étant un **facteur cinétique**. Dans ce cas on utilise un **chauffage à reflux**.

Intérêt du chauffage à reflux:

Le chauffage à reflux est à privilégier car il permet de **chauffer en évitant les pertes par évaporation**.



Fonctionnement :

Lors du chauffage, les vapeurs formées entrent dans le réfrigérant où la température est maintenue basse grâce à la circulation permanente d'eau du robinet. Elles se liquéfient et retombent dans le ballon.

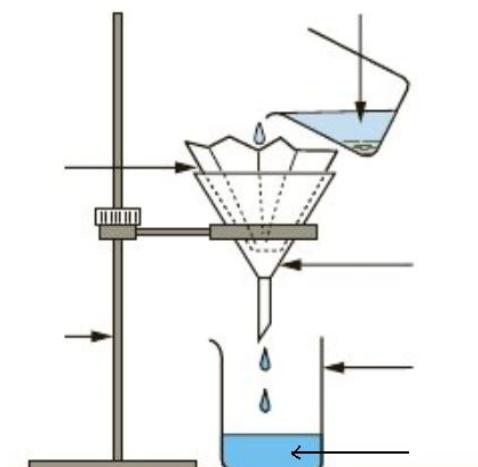
Remarques importantes:

- Dans le mélange réactionnel, on place de la **pierre ponce** ou de petites billes en verre afin de **réguler l'ébullition** et d'uniformiser le milieu réactionnel.
- Le support élévateur** est nécessaire. En effet c'est un élément de sécurité, il permet d'éloigner le ballon du chauffe-ballon et ainsi d'arrêter immédiatement et efficacement le chauffage.
- Si on a le choix entre un **réfrigérant droit** ou un **réfrigérant à boules** (comme sur le schéma), on prendra le réfrigérant à boules car la surface de contact avec l'eau froide est plus importante et il sera plus efficace.

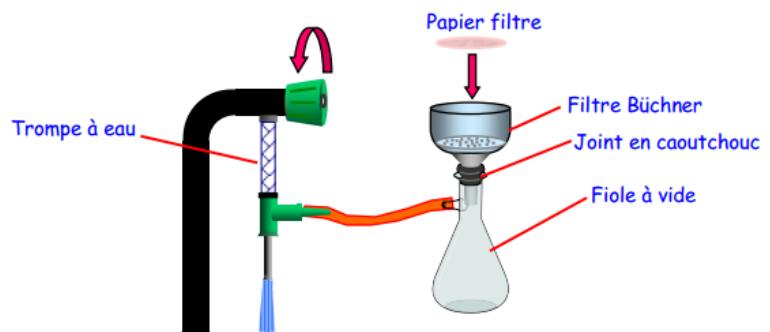
III. Isolement du produit synthétisé.

L'isolement consiste à séparer au mieux le produit synthétisé du milieu réactionnel.

1. Si le produit est solide, on peut utiliser une filtration.



On peut utiliser une **filtration simple** :
Il y a alors filtration par gravité



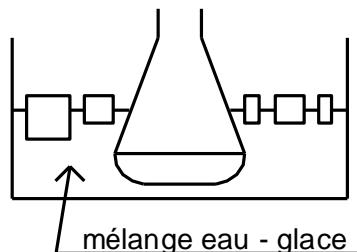
On peut utiliser une **filtration sous vide**:
Dans la trompe à eau, l'écoulement de l'eau provoque une dépression, ce qui permet une « aspiration » du liquide dans la fiole à vide.

La filtration sous vide est plus rapide que la filtration simple.

2. Si le produit est dissous,

on peut réaliser au préalable **une cristallisation**. (puis faire une filtration)
Cette méthode est basée sur la différence de solubilité du produit à isoler en fonction de la température.

(voir activité expérimentale « synthèse de l'aspirine ») En l'absence de confinement!



L'aspirine cristallise

On peut également diminuer la solubilité de l'espèce à isoler de manière à ce qu'elle **précipite** (c'est-à-dire qu'elle devient solide) en ajoutant de l'eau salée saturée. Cette opération s'appelle également le **relargage**.

(voir exercice de la fiche sur la synthèse d'un savon)

3. Si le produit est liquide (ou dissous dans un solvant),

On utilise une **extraction liquide-liquide**.

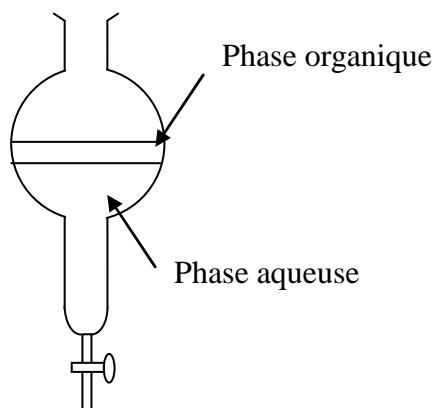
Cette extraction permet de transférer sélectivement des espèces présentes dans un solvant vers un autre solvant, non miscible au premier, dans lequel elles sont plus solubles.

Pour cette opération, on utilise une **ampoule à décanter**.

Remarques:

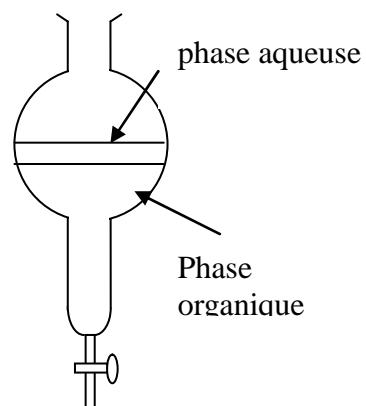
- Propriétés du solvant extracteur :
- l'espèce à isoler doit être **plus soluble** dans le solvant extracteur que dans le solvant d'origine,
- les deux solvants ne doivent **pas être miscibles**,
- Lors de l'agitation, il faut dégazer régulièrement ; on laisse ensuite décanter (les deux phases se séparent), on doit enlever le bouchon afin de vider l'ampoule....

Ampoule à décanter



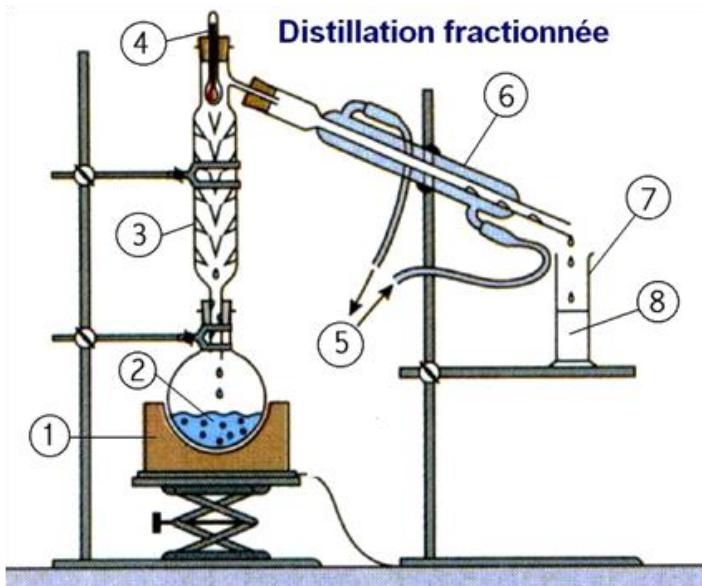
Cas où d phase aq. > d phase orga

Ampoule à décanter



Cas où d phase aq. < d phase orga

4. Si le produit fait partie d'un mélange liquide homogène, on peut utiliser une distillation.



- 1: Chauffe ballon.
- 2: Mélange des deux liquides + pierre ponce.
- 3: Colonne de Vigreux.
- 4: Thermomètre
- 5: Entrée et sortie d'eau.
- 6: Réfrigérant à eau.
- 7: Eprouvette
- 8: Distillat.

Cette technique est basée sur la différence de **températures d'ébullition** de l'espèce chimique et des autres espèces contenues dans le mélange

On chauffe, l'espèce qui possède la température d'ébullition la plus basse sera la première à l'état de vapeur. Les vapeurs sont liquéfiées dans un réfrigérant. On récupère le liquide formé dans un récipient.

- **IV. La purification.**

La purification consiste à éliminer les quelques impuretés présentes dans le produit isolé.

Si le produit est solide, on peut utiliser la **recristallisation**. (voir activité expérimentale aspirine)

Cette technique est basée sur les **différences de solubilité** à chaud et à froid de l'espèce chimique et des impuretés à éliminer.

En général, le produit brut est dissous à chaud dans un solvant bien choisi. On laisse refroidir lentement. Les impuretés restent dissoutes dans le solvant froid alors que le produit de synthèse se cristallise. On récupère le produit pur par filtration et séchage.

- **V. Méthodes d'analyse et d'identification.**

On peut utiliser :

- **Une chromatographie sur couche mince (CCM)** : Deux espèces identiques vont migrer à la même vitesse (sur une plaque à chromatographie en silice) pour un éluant donné. Si les espèces sont invisibles, on peut effectuer une révélation sous UV.
- **Une analyse de spectres UV, IR ou RMN.**
- Des mesures **d'indice de réfraction** ou de **densité** pour un liquide. (technique non vue pour l'indice de réfraction car rares sont les labos de lycée ayant un réfractomètre LIAD compris)
- Un banc Köfler afin de déterminer **la température de fusion** d'un solide à analyser et de la comparer à la valeur tabulée.

VI. Rendement d'une synthèse organique:

On appelle **rendement de la synthèse** le rapport, exprimé en %, entre la quantité de P effectivement obtenue n_{exp} et la quantité maximale théorique n_{theo} :

$$r = \frac{n_{\text{exp}}}{n_{\text{theo}}} \times 100 = \frac{m_{\text{exp}}}{m_{\text{theo}}} \times 100$$

lors de l'isolement et de la purification : chaque étape (extraction, filtration...) conduit inévitablement à des pertes.

La masse expérimentale sera donc inférieure à la masse théorique. Le rendement sera donc inférieur à 100%