

Objectifs

Voir les différentes étapes d'une synthèse en chimie organique. Expliquer que le choix des éléments intervenant dans le protocole expérimental obéisse à des « règles » bien précises. Réfléchir sur la manière de mener correctement une manipulation, et établir le protocole expérimental, en pouvant justifier ses choix.

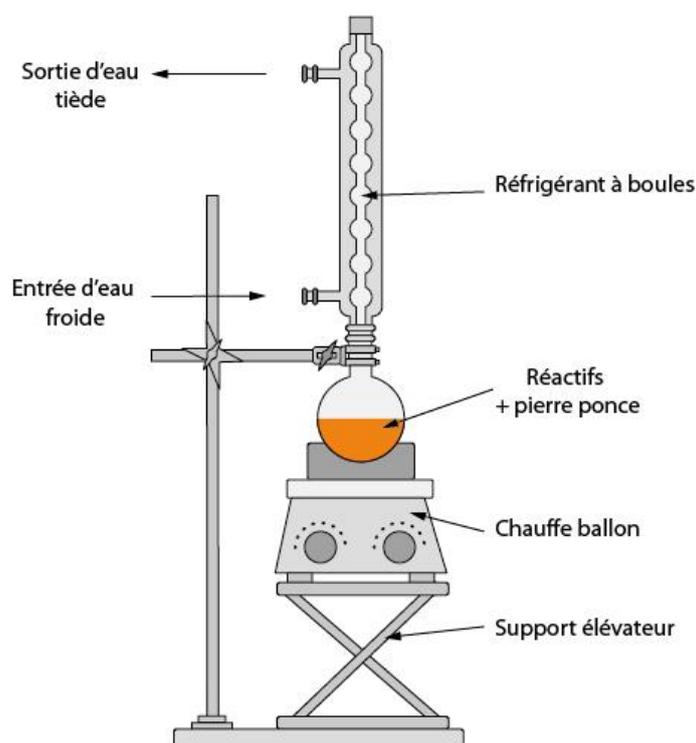
1. La synthèse

Pour que la synthèse chimique se fasse de manière optimale, on réfléchira en amont aux points suivants :

- **Choix des réactifs** : plusieurs réactifs différents peuvent permettre la synthèse du composé voulu. Le choix peut être dicté par des **considérations économiques**
- **Utilisation d'un solvant approprié**. Si les deux réactifs ne sont pas **miscibles**, le solvant doit pouvoir les faire coexister dans une phase commune.
- **Aspects sécurité et environnemental** en ce qui concerne le choix des réactifs et solvants. Éviter si possible tout produit dangereux, toxique, nuisible pour l'environnement. Sinon, prendre les précautions d'usage : hôte aspirante, récupération des déchets dans des bacs appropriés, etc.
- **La réaction en elle-même**. Des **réactions totales** sont souvent préférables, car elles évitent le gaspillage de réactifs. D'autre part, une **réaction rapide** est idéale, car elle minimise le temps de la manipulation. Si ce n'est pas le cas, il faut l'accélérer :
 - ✓ **Utilisation éventuelle d'un catalyseur.**
 - ✓ **Chauffage du milieu réactionnel**

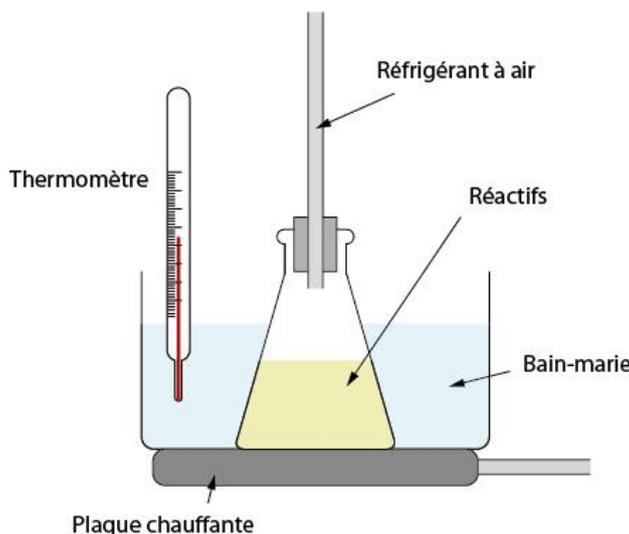
Selon l'intensité de chauffage requis, deux montages sont envisageables :

→ **Le chauffage à reflux** dans le cas d'un chauffage soutenu.



Le rôle de la pierre ponce est de favoriser la formation de bulles, ce qui permet **de réguler le chauffage** (quand il y a ébullition, la température se stabilise). Le support élévateur permet de faire descendre le chauffe-ballon, et ainsi de stopper rapidement le chauffage en cas de besoin.

→ **Le chauffage au bain-marie**, dans le cas d'un chauffage modéré, à température contrôlée. **Exemple** : synthèse de l'aspirine ou du paracétamol.

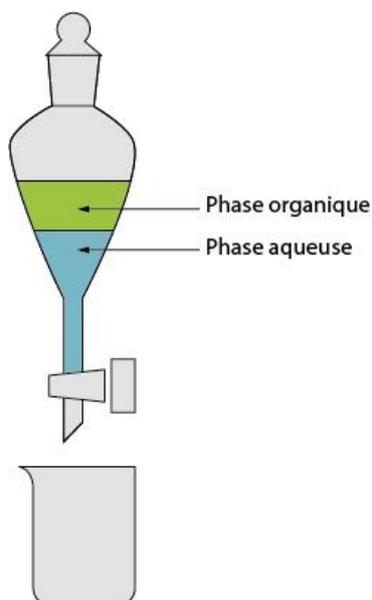


Pour les deux montages, le rôle du **réfrigérant** est de **condenser les vapeurs de réactifs**, afin qu'elles retournent dans le milieu réactionnel. L'efficacité d'un réfrigérant dépend de son type : réfrigérant à boules très efficace, réfrigérant à air moins performant.

2. L'extraction

Une fois la réaction de synthèse terminée, on cherche à **recupérer l'espèce chimique souhaitée**. Selon son état physique final (solide, liquide) et selon ses propriétés physico-chimiques (par rapport aux autres espèces chimiques présentes dans le milieu), diverses stratégies peuvent être considérées :

• **Extraction liquide-liquide**, pour récupérer une espèce chimique se présentant sous forme liquide, se trouvant elle-même en phase liquide. Le principe de la manipulation est de laisser reposer la solution dans une ampoule à décanter. Il se forme alors deux phases, souvent une **phase aqueuse** et une **phase organique**.

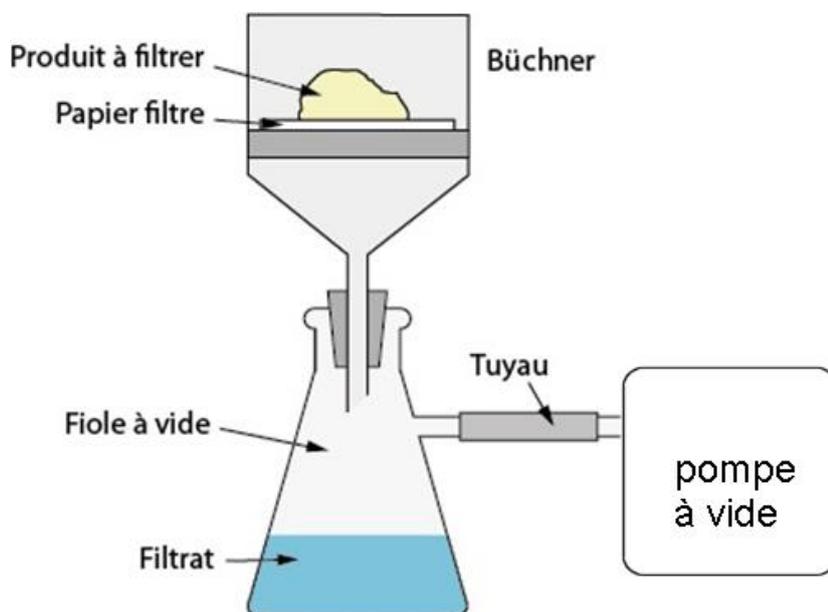


Deux cas possibles :

→ L'espèce chimique à extraire présente une **densité** assez différente de celle de l'autre phase. **Exemple** : un ester par rapport à l'eau. On récupèrera alors la phase organique formée par l'ester.

→ On rajoute un **solvant** de telle manière que l'espèce chimique à extraire présente de fortes affinités avec notre solvant, mais peu avec le reste de la solution. On récupèrera la phase formée par le solvant. Naturellement, cela suppose que ledit solvant ait une densité assez différente de celle du reste de la solution.

• **Filtration sous vide avec entonnoir Büchner**, pour extraire une espèce chimique solide se trouvant dans la solution. A l'aide d'un papier filtre et de l'aspiration créée par le montage, la phase solide et la phase liquide sont séparées.



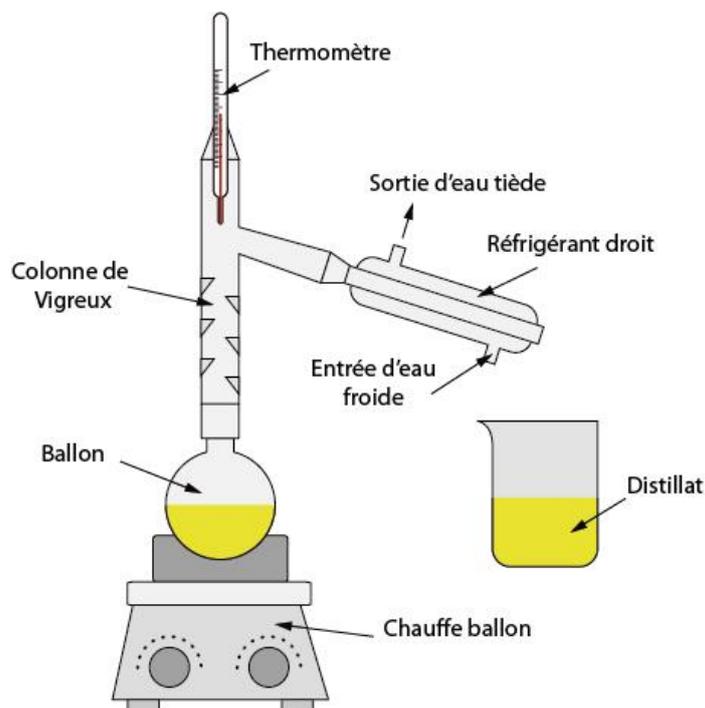
La solubilité de l'espèce solide dépend de la température. Souvent, elle a tendance à diminuer à basses températures. Ainsi, en **refroidissant la solution** à traiter avant filtration Büchner, l'espèce à extraire **crystallise**, ce qui rend possible son extraction.

Pour ces deux méthodes, on peut quelquefois favoriser la séparation entre phases ou solide/liquide par **relargage**. Par exemple, lors de la fabrication d'un savon (saponification), cela consiste à rajouter du chlorure de sodium (sel de cuisine) au mélange, ce qui favorise la formation d'une phase solide, à la surface de la solution, associée au savon.

3. La purification

Dans le prolongement de l'extraction, la **purification** vise à éliminer les traces d'impuretés se trouvant dans notre produit synthétisé. Là aussi, la méthode diffère selon l'état physique de notre espèce chimique :

• **Distillation fractionnée**, pour une espèce chimique en phase liquide. Cette méthode suppose que ladite espèce ait une **température d'ébullition** différente de celles des autres espèces présentes en solution.



Il est important que la température du mélange soit contrôlée tout au long de la manipulation, afin d'éviter que toutes les espèces chimiques ne soient portées à ébullition, ce qui rendrait vaine cette opération.

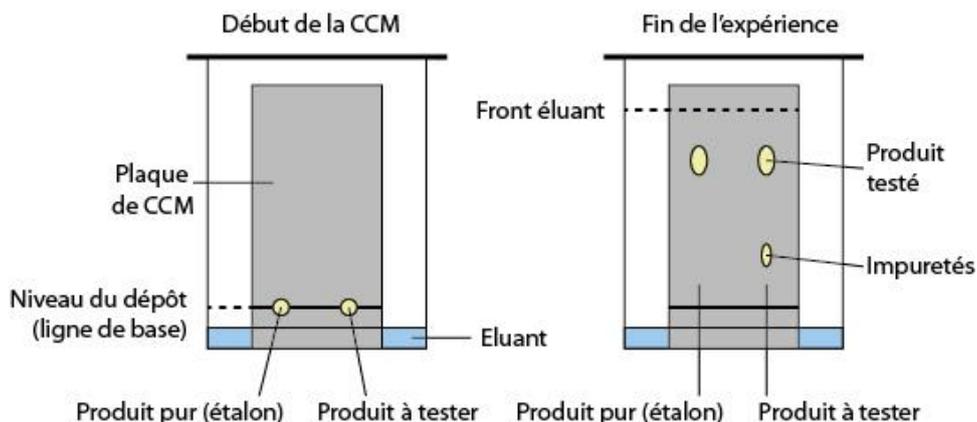
Remarque (hors programme) : certains mélanges de deux corps purs, dans des proportions bien précises, peuvent donner un **mélange azeotropique**, qui a la propriété de ne pas être séparable par une simple distillation.

• **Recristallisation**. Cette opération est applicable à des espèces chimiques solides. Elle consiste à dissoudre à chaud le solide à traiter. Ensuite, le mélange est refroidi, ce qui provoque la **recristallisation** du solide. Les impuretés initialement présentes dans le produit **restent en solution**. Par filtration sous vide, on récupère alors notre solide débarrassé des dites impuretés. Cette méthode repose bien entendu sur l'efficacité du solvant à remplir le rôle que l'on lui assigne (solubilité forte de notre espèce chimique à chaud, mais aussi plus faible à froid).

4. Analyse du produit formé

• **Aspect qualitatif** : contrôle de la qualité du produit formé. La finalité est de vérifier si le produit synthétisé est pur, ou contient des traces d'impuretés. Plusieurs méthodes :

→ **Chromatographie sur couche mince (CCM)**, dans le cas d'un composé en phase liquide. L'exemple ci-dessous révèle la présence d'impuretés dans le produit synthétisé.



→ **Spectroscopie**

→ **Banc Kofler**, pour un solide. Ce banc présente une variation de température le long de sa surface. En y déposant notre échantillon solide, on peut alors voir **pour quelle température celui-ci commence à fondre**. Si cette température correspond à celle vue dans la littérature, il est pur. Sinon, il comporte des impuretés (qui ont une température de fusion différente de notre composé synthétisé).

→ **Autres tests** : mesure de la masse volumique du produit formé, tests mettant en évidence (ou pas) des traces de réactifs, etc.

• **Aspect quantitatif** : estimation du rendement η de la manipulation définie par :

$$\eta = \frac{m_p}{m_{max}}$$

m_p est la masse de produit que l'on a récupérée en fin de manipulation, et m_{max} la masse théorique que l'on aurait obtenu dans le cas de manipulations parfaites : réaction totale, aucune perte au niveau de chaque étape, etc. Le rendement est un nombre compris entre 0 et 1. Il est possible de l'exprimer sous la forme d'un pourcentage.

L'essentiel

Une synthèse en chimie organique se déroule en plusieurs étapes :

- **La réaction de synthèse en elle-même**, où il faut réfléchir en amont à certains aspects : choix des réactifs, quantités mises en jeu, utilisation d'un **solvant**, d'un **catalyseur**. Selon l'intensité de chauffage requise, choix du montage : **chauffage à reflux, bain-marie**.
- **Extraction du composé synthétisé**. Selon son état physique (solide/liquide) ou ses propriétés physico-chimiques (densité, solubilité dans tel ou tel solvant), on choisit alors la technique à mettre en œuvre : **extraction liquide-liquide, filtration sous vide**.
- **Purification**, afin de se débarrasser d'éventuelles impuretés (traces de réactifs, de solvant..). Là aussi, diverses techniques existent : **distillation fractionnée, recristallisation...**
- **Contrôle de qualité**. Afin d'estimer la pureté du produit, on fait appel à des tests : chromatographie sur couche mince, spectroscopie, banc Kofler. Aussi, on calcule le **rendement** de la manipulation. **La pureté du produit formé et le rendement sont deux critères qui permettent d'évaluer le soin apporté à une synthèse.**