

1. Stratégie de synthèse
2. Etapes d'une synthèse
3. Rendement d'une synthèse

1. Stratégie de synthèse

Lors de la fabrication d'une molécule organique (synthèse) il faut réfléchir au préalable à de nombreux paramètres afin d'obtenir un produit le **plus pur possible** avec le **meilleur rendement**, tout ceci avec le **maximum de sécurité** et à **moindre coût**.

Ainsi, à chaque instant, il faut être attentif :

- à la tenue vestimentaire (gants, lunettes, blouse)
- aux gestes et déplacements (ne pas courir, pas de gestes brusques, ...)
- aux pictogrammes des réactifs et à la nature des produits possibles de la synthèse
- à la sécurité du montage (pression, contrôle de la température, fixations, ...)
- au traitement des déchets (ne pas jeter n'importe quoi dans l'évier)

Pour optimiser une synthèse il faut penser :

- au choix des réactifs et à leurs quantités
- au choix du solvant
- au choix d'un éventuel catalyseur
- au choix des paramètres expérimentaux (température, pression, durée, agitation)
- au choix du montage
- à la sécurité
- au coût de la synthèse
- à l'impact sur l'environnement

2. Etapes d'une synthèse

A retenir :

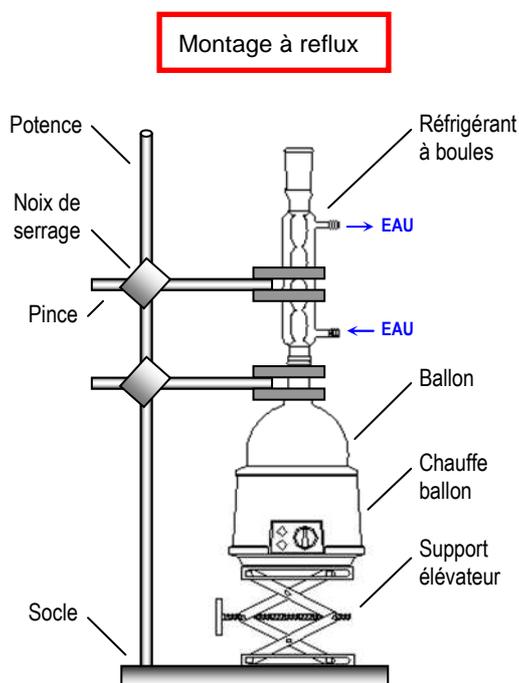
Une synthèse s'effectue en **quatre étapes** :

1. La réaction – 2. L'isolement – 3. La purification – 4. L'identification

2.1. Première étape : la réaction

Lors de cette étape, on met en présence les réactifs dans le montage approprié. La réaction de synthèse s'effectue alors. Elle peut être rapide ou lente. Dans ce dernier cas, il peut être nécessaire d'**accélérer** cette réaction en **chauffant le milieu réactionnel** et/ou par l'ajout d'un **catalyseur**.

S'il est nécessaire de chauffer le milieu réactionnel, on utilise généralement un **montage à reflux**.



Le montage à reflux permet de chauffer un mélange réactionnel en évitant de perdre une partie des réactifs et des produits formés par évaporation ou vaporisation.

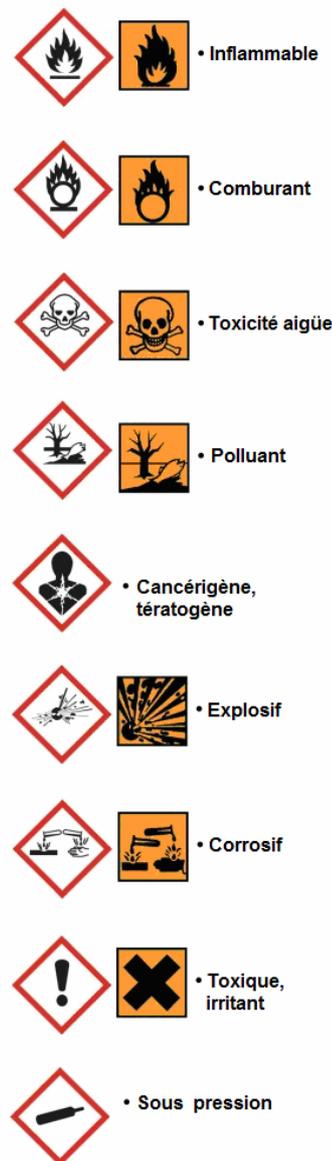
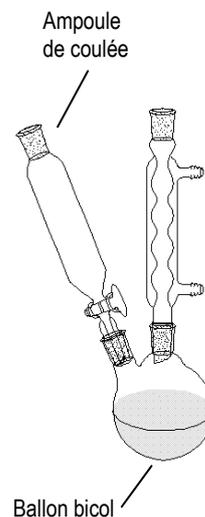
On aurait pu imaginer boucher le ballon pendant le chauffage, mais ceci est **très dangereux** : les vapeurs formées au cours du chauffage augmenteraient fortement la pression dans le ballon. Le bouchon pourrait alors sauter en projetant une partie du mélange réactionnel brûlant à l'extérieur du ballon. Pire encore, si le bouchon est suffisamment enfoncé pour résister à la pression, c'est le ballon qui risquerait d'exploser.

Il ne faut jamais boucher un récipient que l'on chauffe.

Le rôle du réfrigérant à boules est de condenser les vapeurs qui se forment grâce à une circulation d'eau froide constante entrant par le bas du réfrigérant. Ainsi les substances qui s'évaporent sous l'action de la chaleur se recondensent sur la paroi intérieure du réfrigérant et retournent dans le ballon.

A noter :

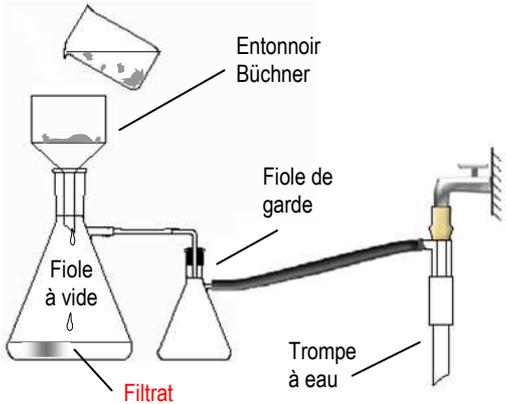
Si l'un des réactifs doit être ajouté lentement lors du chauffage du milieu réactionnel, on utilise alors une ampoule de coulée sur un ballon bicol.



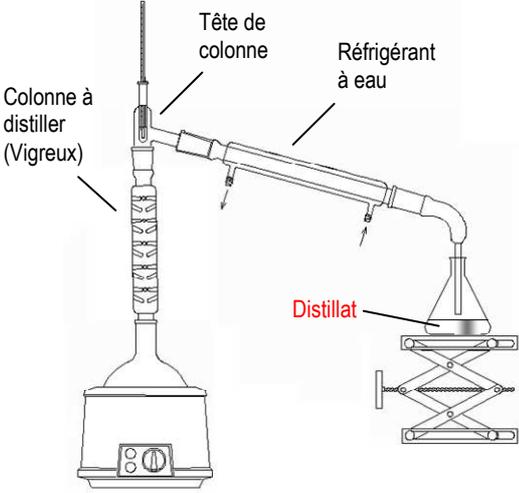
2.2. Deuxième étape : l'isolement

Cette étape a pour but de séparer le produit qu'on a synthétisé des restes de réactifs n'ayant pas réagi, des produits formés non désirés, du catalyseur éventuel et du solvant éventuel.
A l'issue de l'étape d'isolement on obtient le produit brut.

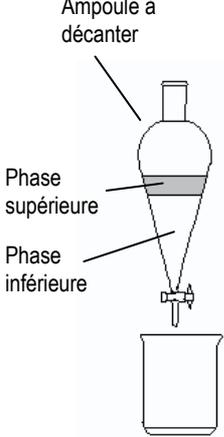
Pour effectuer cet isolement on peut utiliser différents montages comme par exemple :



Pour séparer un solide non soluble dans un liquide on peut utiliser une filtration classique (gravitationnelle) ou, plus efficace, une **filtration sous vide** avec un entonnoir Büchner



Pour séparer deux liquides miscibles, on effectuera une **distillation fractionnée** ou on utilisera un évaporateur rotatif.



Pour séparer deux liquides non miscibles on utilisera une **ampoule à décanter**

L'extraction liquide-liquide permet de transférer sélectivement une espèce présente dans un solvant vers un autre solvant, non miscible au premier, dans lequel elle est davantage soluble ou miscible.

Ainsi, la plupart des espèces indésirables à l'issue de la synthèse restent dans le solvant d'origine et l'on récupère dans le nouveau solvant le produit désiré de la réaction.

Exercice 1 :

Le benzaldéhyde ($T_{\text{éb}} = 179^{\circ}\text{C}$) est un liquide incolore à odeur d'amande amère présent dans certains fruits comme les pêches, le raisin, les fraises ou encore les framboises. Cette molécule, principalement utilisée en parfumerie et dans l'alimentaire, peut facilement être synthétisée par différents procédés.
Après une synthèse effectuée en milieu aqueux, on cherche à faire une extraction liquide-liquide du benzaldéhyde formé.

<i>miscibilité</i>	Eau dist.	Ether	Ethanol	Toluène
Benzaldéhyde	<i>faible</i>	<i>forte</i>	<i>forte</i>	<i>forte</i>
Eau distillée	<i>totale</i>	<i>nulle</i>	<i>forte</i>	<i>nulle</i>
Pictogramme(s) de sécurité	-			
Prix TTC (€/L)	1.19	31.90	7.50	6.90

- En utilisant les données du tableau ci-contre, définir le solvant à utiliser pour extraire ce benzaldéhyde.
- Quelle autre méthode peut-on utiliser pour extraire le benzaldéhyde pur de la solution aqueuse ? A quoi faut-il veiller au préalable ?

2.3. Troisième étape : la purification

Elle a pour but l'élimination des impuretés éventuellement présentes dans le produit brut isolé.

- Pour purifier un **liquide** :
 - On peut utiliser un montage de **distillation fractionnée** en jouant sur la différence des températures d'ébullition (minimum 10°C) du produit synthétisé et des impuretés.
 - On peut utiliser une **ampoule à décanter** pour effectuer un lavage de la substance synthétisée.
 - On peut utiliser l'action de **sel anhydre** que l'on **filtrera** par la suite pour éliminer les traces d'eau dans une solution organique.
- Pour purifier un **solide** on utilise la technique de **recristallisation** :
On redissout le solide contenant les impuretés dans un solvant chaud, puis on refroidit l'ensemble lentement. Les cristaux se reforment alors que les impuretés restent elles dissoutes dans le solvant.
Pour finir on filtre et on rince les cristaux purs reformés.

2.4. Quatrième étape : l'identification ou la caractérisation

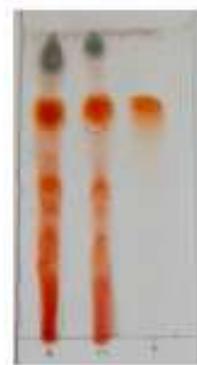
Cette dernière étape permet d'identifier le produit synthétisé mais aussi de contrôler sa pureté.

Diverses techniques peuvent être utilisées suivant l'état physique du produit synthétisé :

- Mesure du point de fusion d'un cristal à l'aide d'un **banc Kofler** (de 50 à 260°C).
- Détermination de l'indice de réfraction d'un liquide à l'aide d'un **réfractomètre**.
- **Spectroscopies** UV, visible, IR ou par résonance magnétique nucléaire (RMN).
- **Tests chimiques** de reconnaissance.
- Chromatographie sur couche mince (**CCM**).



Banc Kofler

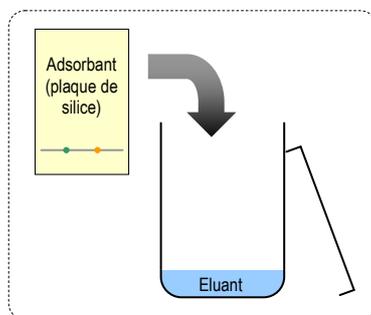


CCM



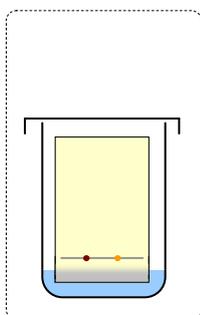
Réfractomètre

Comment effectuer une CCM ?



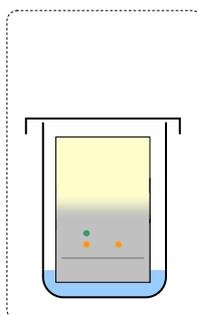
Etape 1 :

On trace la ligne de dépôt au crayon de papier et on y place au capillaire les substances à tester. On place ensuite l'adsorbant dans un bécher contenant l'éluant.



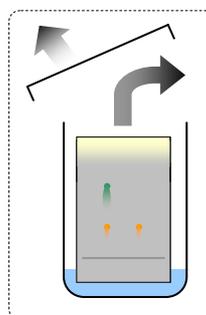
Etape 2 :

On recouvre le bécher pour optimiser la progression de l'éluant sur l'adsorbant.



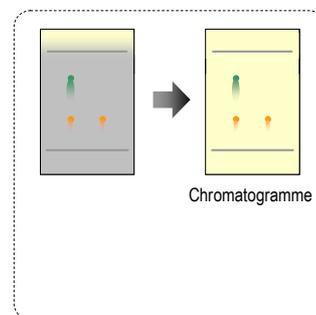
Etape 3 :

On patiente le temps que l'éluant monte sur l'adsorbant par capillarité.



Etape 4 :

Lorsque l'éluant est suffisamment monté, on retire le couvercle et on retire le chromatogramme.



Etape 5 :

On trace la ligne de front qui délimite la zone humide de la zone encore sèche de l'adsorbant et l'on sèche le chromatogramme.

3. Rendement d'une synthèse

A retenir :

On appelle rendement ρ de la synthèse le rapport de la quantité n_p de produit obtenu sur la quantité maximale n_{max} possible.

$$\rho = \frac{n_p}{n_{max}}$$

ρ sans dimension
 n_p en mol
 n_{max} en mol

A noter :

Dans le cas d'une synthèse s'effectuant en plusieurs étapes, le rendement total ρ_T est égal au produit des rendements de chaque étape : $\rho_T = \rho_1 \times \rho_2 \times \rho_3 \times \dots$

Ainsi, si au moins une étape a un mauvais rendement, la synthèse aura un mauvais rendement.

Exercice 2 :

Lors de la synthèse d'une espèce organique C, on introduit 5,2 mol de A et 2,5 mol de B. La réaction bilan de cette synthèse est :

$$2A + 3B \rightleftharpoons C + 2D$$

1. Quelle est la quantité maximale de l'espèce C que l'on peut en théorie obtenir avec ce mélange initial ?
2. Sachant que le rendement de la réaction est de 62%, que lors de l'étape d'isolement on récupère 95% du produit C formé et que lors de l'étape de purification, on perd 2% du produit C formé, déterminer la quantité finale de C isolée et purifiée.
3. En supposant que l'espèce chimique D soit un gaz parfaitement insoluble dans le milieu réactionnel, déterminer le volume de ce gaz formé au cours de cette synthèse dans les CNTP.