

Chapitre 16 : synthèse organique

I. Le principe d'une synthèse chimique

a. Définition

Une synthèse chimique consiste à fabriquer une nouvelle molécule à partir d'une réaction chimique.

On utilise pour cela plusieurs réactifs sous forme solide, gazeuse ou liquide. Ces réactifs vont être consommés pour former le produit recherché.

b. Étapes d'une synthèse

Une réaction de synthèse se déroule en plusieurs étapes, du mélange des réactifs à l'obtention du produit final, purifié.

1. Réaliser la transformation chimique grâce à un chauffage à reflux.
2. Isoler le produit synthétisé.
3. Purifier le produit synthétisé pour le débarrasser de toutes les impuretés.
4. Analyser le produit synthétisé.

c. Enjeux

La réalisation d'une synthèse présente plusieurs enjeux importants.

- Utiliser des réactifs faciles à se procurer et peu coûteux.
- Obtenir un rendement le plus élevé possible, ce qui inclut l'énergie investie (chauffage).
- Tenir compte de l'éventuelle nocivité/toxicité de certains réactifs, produits intermédiaires ou sous-produits de réaction.
- Prévoir l'extraction et la purification de la molécule à synthétiser.

Etudions maintenant en détail chacune des étapes de la synthèse organique

II. La transformation chimique grâce au chauffage à reflux

1. Le principe du chauffage à reflux

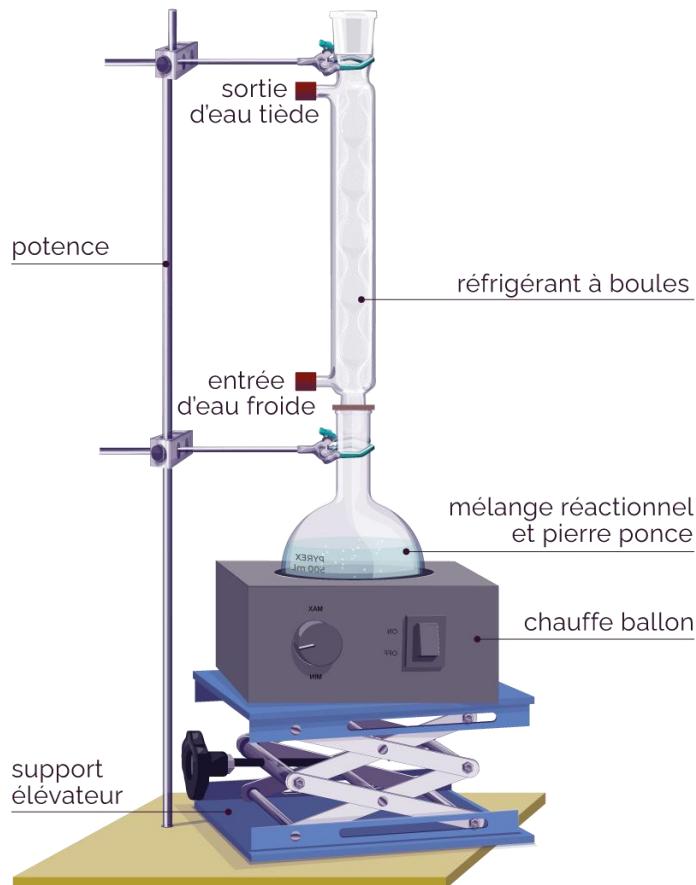
a. Définition

Le chauffage à reflux est un dispositif expérimental qui consiste à chauffer un mélange réactionnel jusqu'à l'ébullition, tout en évitant des pertes de matière par évaporation.

b. Principe

Le mélange réactionnel est chauffé jusqu'à ébullition : la température est alors constante.

Les vapeurs des produits de la réaction se condensent alors sur les parois plus froides du réfrigérant à eau et retombent lentement dans le milieu réactionnel.



Montage d'un chauffage à reflux avec réfrigérant à eau

c. Rôle des différents éléments du montage

La technique du chauffage à reflux permet de réaliser une réaction chimique accélérée à température constante, grâce aux différentes parties du montage.

- Le chauffage doux permet d'accélérer la transformation chimique.
- La circulation d'eau froide dans le réfrigérant à eau permet aux vapeurs formées de se liquéfier au contact des parois froides : il n'y a pas de vapeurs nocives qui s'échappent du montage et il n'y a pas de pertes du mélange réactionnel par évaporation.
- La pierre ponce permet de réguler l'ébullition en créant des petites bulles dans le mélange.

III) Les techniques utilisées pour isoler un produit

Isoler un produit consiste à l'extraire du milieu réactionnel.

La méthode diffère selon l'état physique du produit A qui est à extraire (solide ou liquide).

a. Extraction par un solvant

Procédé

L'extraction par un solvant est une technique de séparation qui utilise la différence de solubilité des substances chimiques liquides dans les solvants.

Cette technique est nécessaire pour extraire un produit noté « A » d'un mélange hétérogène, comme dans le cas d'un composé organique dissous dans une solution aqueuse.

Il faut choisir un autre solvant que l'eau, en fonction de son affinité avec le produit A à extraire.

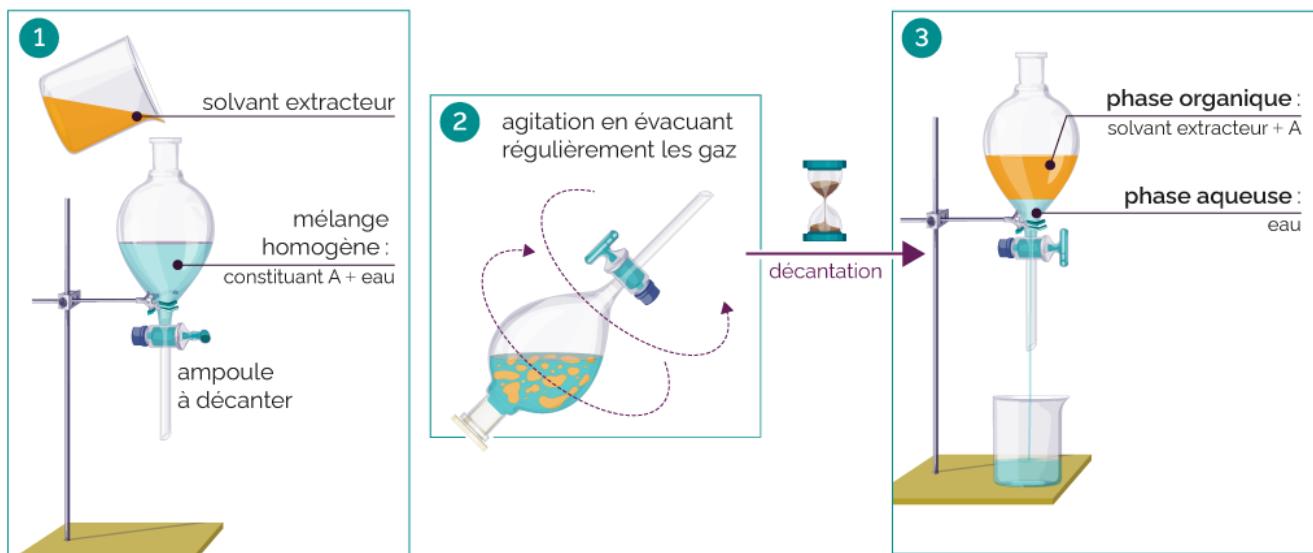
Le produit A à extraire doit avoir plus d'affinité pour le solvant extracteur que pour l'eau.

Il est nécessaire de bien choisir le solvant extracteur qui doit être non miscible avec l'eau et de densité différente.

Lorsque le produit A est extrait par le solvant, il se forme deux phases liquides (en général une phase organique et une phase minérale).

Mode opératoire

L'ampoule à décanter est utilisée pour cette extraction, qu'on appelle « extraction liquide-liquide ».



Isolation d'un constituant par décantation

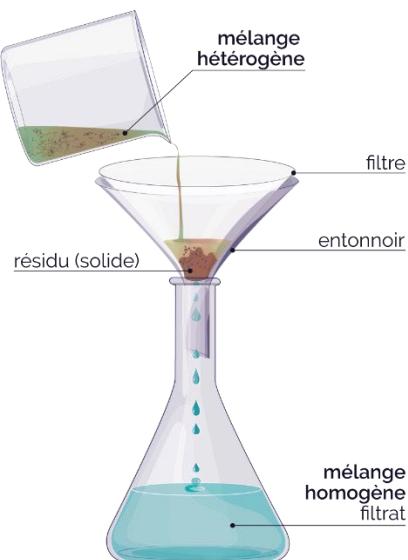
À la fin de la manipulation, on laisse reposer la solution dans l'ampoule à décanter. Il se forme alors deux phases : une phase aqueuse et une phase organique. On ouvre ensuite le robinet pour récupérer la phase qui nous intéresse.

b. La filtration simple

Procédé

La filtration permet de séparer les constituants d'un mélange hétérogène, dans le cas d'un solide en suspension dans un liquide.

Mode opératoire



Montage de la filtration

À la fin de la manipulation, on récupère le solide dans l'entonnoir (résidu).

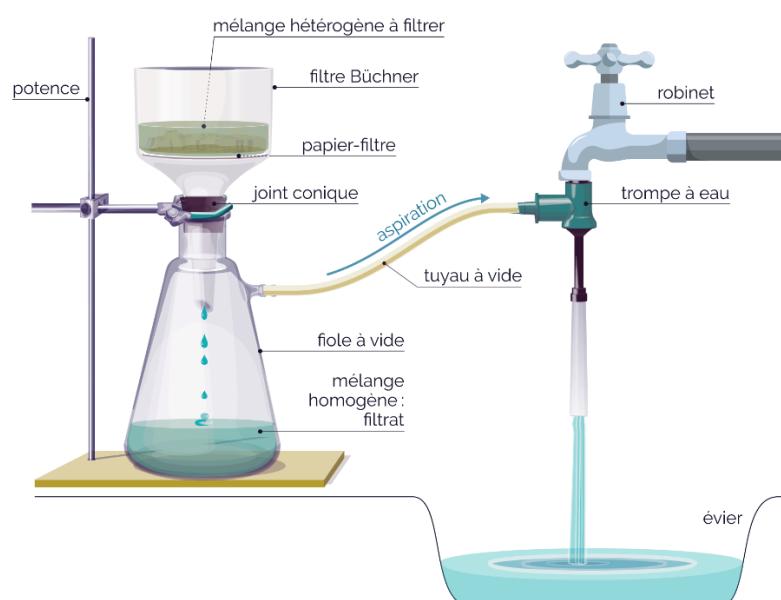
c. La filtration sous vide

Procédé

La filtration sous vide permet d'accélérer le processus de séparation entre un solide et un liquide en utilisant la dépression créée par une trompe à eau.

Mode opératoire

À l'aide d'un **Büchner** et de l'aspiration créée par le montage, la phase solide et la phase liquide sont séparées.



Montage de la filtration sous vide

À la fin de la manipulation, on récupère le solide dans le Büchner.

IV) Les techniques utilisées pour purifier un produit

Après avoir isolé le produit A, il faut le purifier afin d'éliminer les traces d'impuretés qui se trouvent dans ce constituant.

La méthode diffère selon l'état physique du produit A (liquide ou solide).

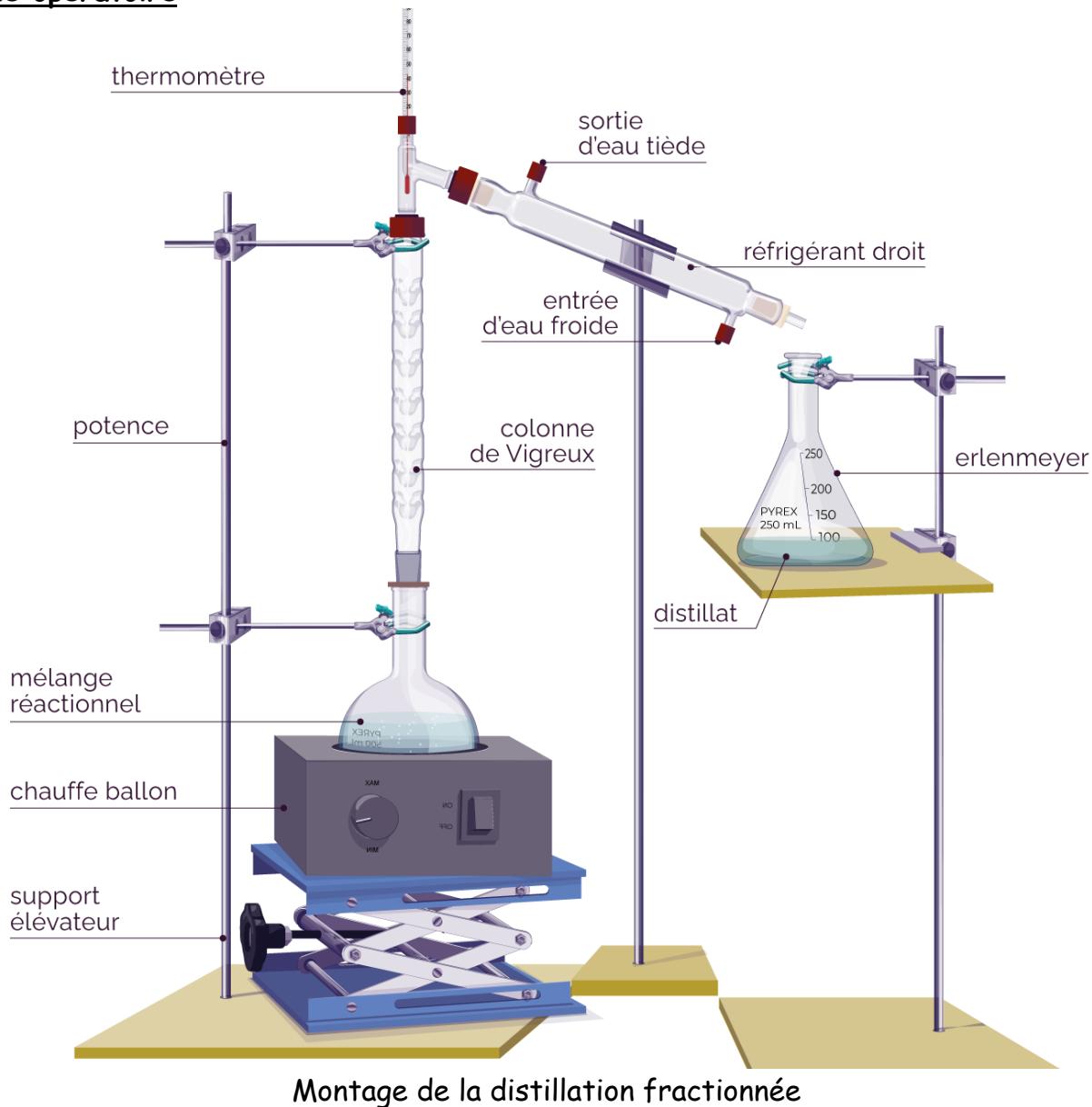
a. Distillation fractionnée

Procédé

On considère un milieu réactionnel qui comporte plusieurs espèces liquides qui sont toutes miscibles et qui possèdent des températures d'ébullition différentes (**les valeurs ne doivent pas être proches**).

La distillation fractionnée est une technique qui consiste à porter à ébullition un mélange de liquides miscibles dotés de températures d'ébullition différentes afin d'extraire l'un des liquides.

Mode opératoire



On chauffe le mélange à l'aide du chauffe-ballon. Lorsque la valeur affichée par le thermomètre se stabilise, l'espèce chimique qui possède la température d'ébullition la plus faible commence à s'évaporer.

Les vapeurs vont passer à travers la colonne de Vigreux et ensuite se condenser sur les parois froides du réfrigérant à eau. L'espèce chimique retombe enfin sous forme liquide dans l'rlenmeyer. Le liquide récupéré est celui qui est le plus volatil : il s'appelle le **distillat** et il est purifié grâce à cette technique.

Remarque

Cette technique permet également de purifier le liquide que l'on récupère.

Dès que la température affichée par le thermomètre augmente, il faut arrêter la distillation car les vapeurs ne sont plus constituées de l'élément chimique à récupérer.

Rôle des différents éléments du montage

La distillation fractionnée permet de réaliser une réaction chimique accélérée à température constante, grâce aux différentes parties du montage.

- Le chauffage doux permet d'accélérer la transformation chimique.
- La colonne de Vigreux permet la condensation des vapeurs formées grâce aux pics orientés vers le bas. Elle permet ainsi une meilleure séparation des composants de température d'ébullition différentes. On l'utilise à la place d'un réfrigérant à eau classique lorsque le mélange contient des espèces de température d'ébullition proches.
- La circulation d'eau froide dans le réfrigérant à eau permet aux vapeurs formées de se liquéfier au contact des parois froides : il n'y a pas de vapeurs nocives qui s'échappent du montage et il n'y a pas de pertes du mélange réactionnel par évaporation.
- La pierre ponce permet de réguler l'ébullition en créant des petites bulles dans le mélange.
- Le thermomètre permet de contrôler la température du mélange pour être sûr d'extraire la bonne espèce chimique.

b. Recristallisation

Procédé

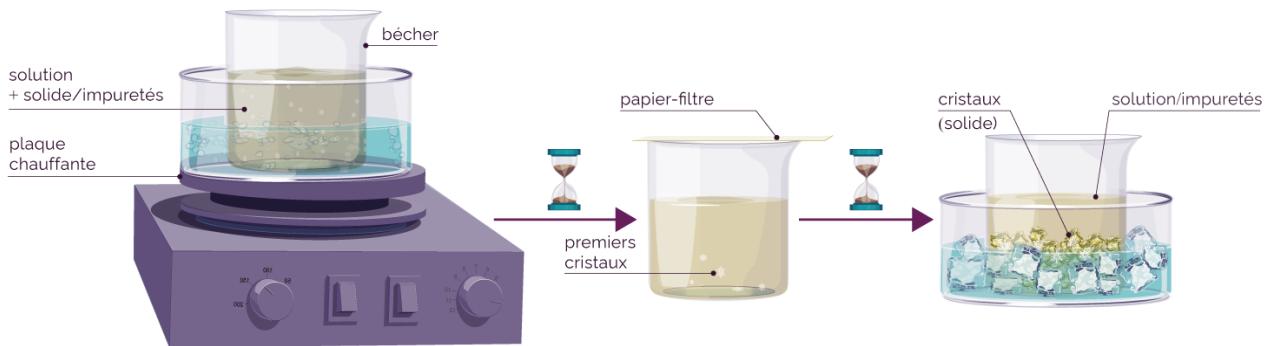
La recristallisation est applicable pour des produits solides. Elle consiste à dissoudre à chaud le solide à traiter, car la dissolution augmente avec la température.

Le mélange est ensuite refroidi, ce qui provoque la recristallisation du solide.

Les impuretés initialement présentes dans le produit restent en solution et l'on récupère le solide débarrassé de ces impuretés grâce à une filtration sous vide.

Cette méthode repose sur les propriétés du solvant dans lequel se trouve le solide à extraire : le solide doit être très soluble dans le solvant à chaud.

Mode opératoire



Le mélange (solution + solide/impuretés) est porté à ébullition au bain-marie.

Le mélange refroidit à température ambiante, à l'abri des poussières.

Une fois les premiers cristaux formés, la recristallisation est complétée dans un bain de glace.

Étapes de la recristallisation

On effectue ensuite une filtration sous vide, puis on récupère les cristaux purs.

V) Les techniques utilisées pour analyser un produit

Une fois le produit isolé puis purifié, on peut l'analyser afin de vérifier qu'il est pur, c'est-à-dire qu'il est débarrassé de toute impureté provenant d'un autre constituant chimique.

La méthode diffère selon l'état physique du produit A (solide ou liquide).

a. La chromatographie sur couche mince

Procédé

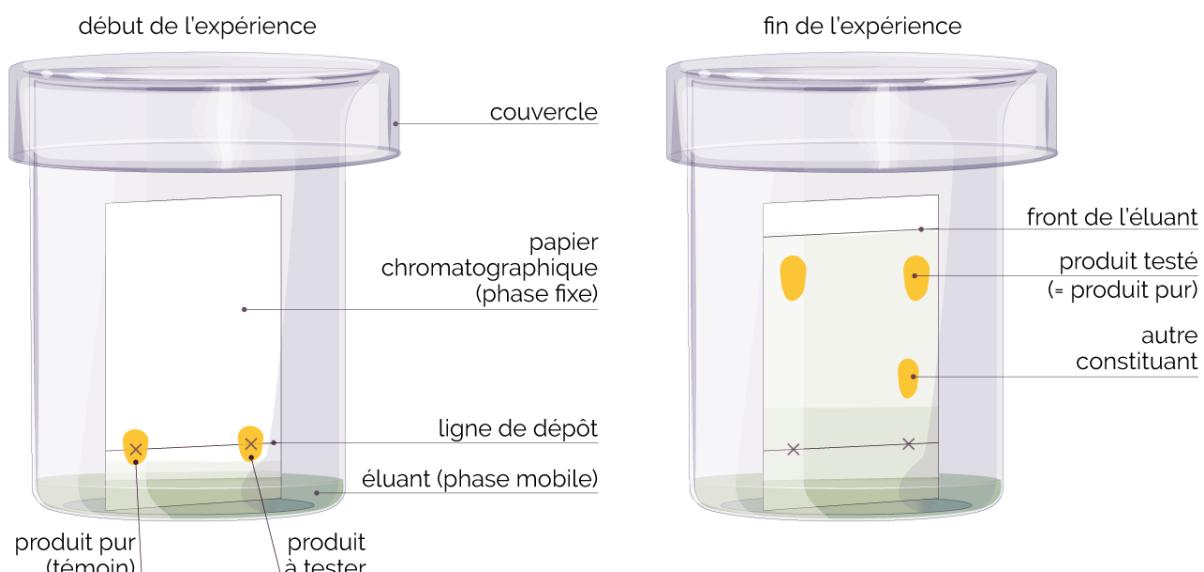
La chromatographie sur couche mince (CCM) permet de reconnaître les constituants d'un mélange homogène (solutés) en les séparant par absorption sur un support, à l'aide d'un éluant.

On compare ainsi la hauteur de migration (rapport frontal) des divers constituants du mélange avec des valeurs présentes dans les tables, ce qui permet de les identifier.

Mode opératoire

Pour réaliser cette technique, il faut les éléments suivants.

- Un support (plaquette de chromatographie sur couche mince) ou phase fixe sur lequel on dépose une goutte du mélange à analyser et une goutte de l'élément pur.
- Un solvant (ou un mélange de solvants) appelé éluant ou phase mobile, qui va servir à entraîner avec lui tous les constituants.



Analyse d'un produit par CCM

On laisse l'éluant monter par capillarité (phénomène d'ascension d'un liquide) sur le support et on arrête l'expérience lorsque le front de l'éluant est à environ 1 cm du haut du support.

Plus le constituant va être soluble dans l'éluant, plus il va migrer haut. On peut ensuite identifier les éléments présents dans le produit à tester.

b. Le banc Kofler

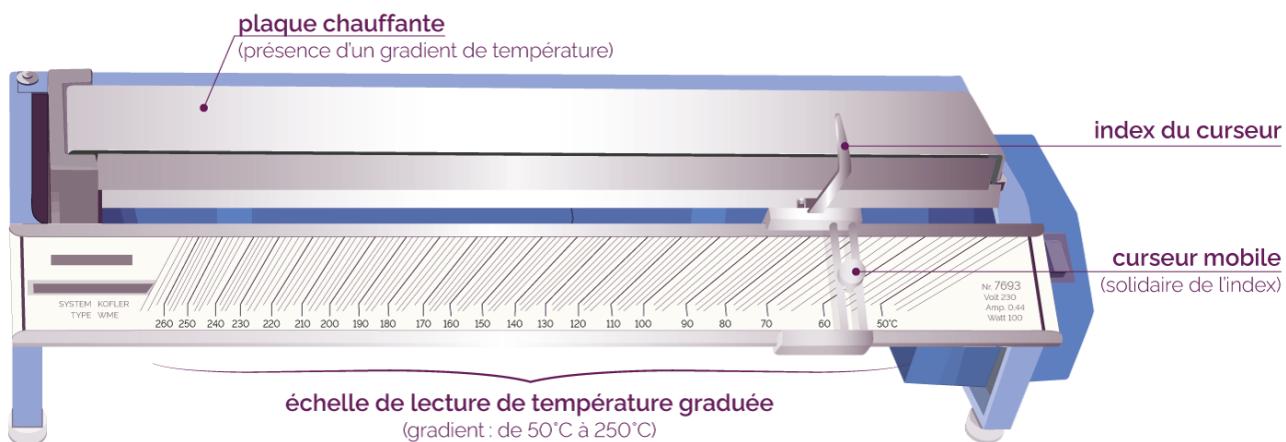
Procédé

On utilise le banc Kofler lorsque l'on souhaite analyser les constituants d'un solide. Ce banc présente une variation de température le long de sa surface.

Le but est de prouver qu'un solide, noté « A », est pur (ne contient qu'une seule espèce chimique). En y déposant l'échantillon solide A, on peut alors voir pour quelle température celui-ci commence à fondre.

Si cette température correspond à celle vue dans les tables pour ce solide A, alors il est pur. Sinon, il comporte des impuretés (qui ont une température de fusion différente de notre composé synthétisé).

Mode opératoire



Analyse d'un produit sur le banc Kofler

VI) Rendement

a. Calcul du rendement

Le rendement est une grandeur qui nous renseigne sur l'efficacité d'une réaction chimique.

Le rendement, noté η , est le rapport entre la masse de produit récupérée à la fin de l'expérience et la masse de produit théoriquement obtenue (à l'aide d'un tableau d'avancement par exemple).

On l'écrit de la manière suivante.

$$\eta = \frac{m_{\text{expérimentale}}}{m_{\text{théorique}}} \times 100$$

ec

xperimentale la masse produite que l'on a récupérée en fin de manipulation, en gramme (g)

héorique la masse théorique que l'on aurait obtenu dans le cas d'une manipulation parfaite, en gramme (g)

Attention

- Le rendement est un nombre compris entre 0 et 1.
- Il est sans unité et peut s'exprimer en pourcentage lorsqu'on le multiplie par 100.
- Il peut aussi être calculé à partir des quantités de matière.

b. Facteurs qui influencent la valeur du rendement

Le rendement a une valeur obligatoirement inférieure à 1. Après avoir réalisé l'expérience, on n'arrive en effet jamais à obtenir autant de produit que ce qui a été prévu par les calculs théoriques.

La valeur du rendement dépend de plusieurs facteurs.

- La réaction n'est pas totale : une partie des réactifs n'est pas transformée.
- Les pertes au cours des diverses étapes (lavage, séchage, recristallisation, vapeurs échappées au cours du reflux, etc.).
- Les erreurs de manipulations (mauvais séchage, oubli de faire la tare, etc.).
- Les réactions parasites possibles lors de l'expérience.