

# Chapitre 9

## Synthèse d'espèces chimiques organiques.

### I. Sécurité et efficacité

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.

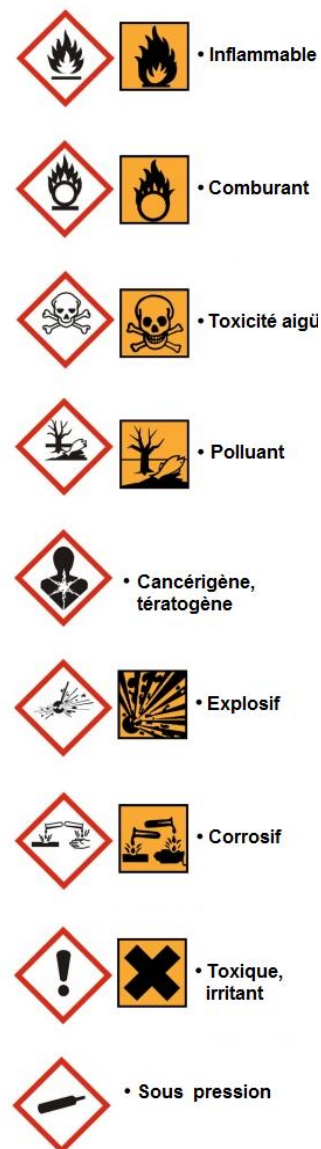
Ainsi, à chaque instant, il faut être attentif :

- 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 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 (*voir fiche « montages »*)
- à la sécurité
- au coût de la synthèse
- à l'impact sur l'environnement

Figure 1 ⇨  
Pictogrammes  
de sécurité



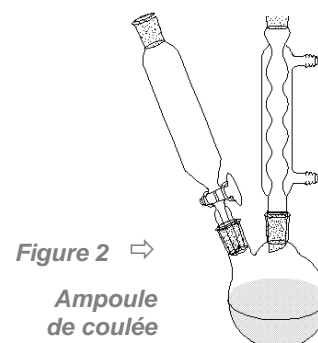
### II. La synthèse

#### Etape 1 : la réaction

On effectue la réaction avec le montage approprié.

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

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



#### Etape 2 : l'isolement

Cette étape a pour but de séparer le produit qu'on cherche à synthétiser des réactifs n'ayant pas réagi, du catalyseur éventuel, du solvant éventuel, de l'excédent de réactif...

A l'issue de l'étape d'isolement on obtient le produit brut.

Pour effectuer un isolement on utilise par exemple :

- une filtration sous vide avec un Büchner
- une distillation
- un évaporateur rotatif
- une chromatographie sur colonne
- une ampoule à décanter pour une extraction liquide-liquide.



↑ Figure 3 : Evaporateur rotatif

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

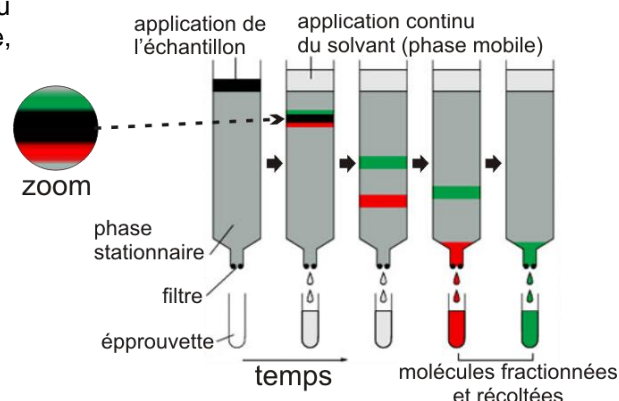
Ainsi, la plupart des espèces indésirables à l'issue de la synthèse restent dans le solvant d'origine et l'on récupère dans le nouveau solvant le produit désiré de la réaction.

Questions :

- Lors de l'extraction liquide-liquide, pourquoi faut-il nécessairement que le solvant ajouté soit non miscible au solvant d'origine ?
- Lors d'une synthèse en milieu aqueux, on désire isoler du benzaldéhyde. En utilisant les données du tableau ci-contre, définir le solvant à utiliser pour extraire ce benzaldéhyde.
- Comment se nomme le procédé d'isolement de la figure 4 ?
- L'échantillon déposé est-il pur ? Justifier.
- Qu'observe-t-on sur l'image zoomée ?
- Comment nomme-t-on la phase mobile ?
- Comment expliquer qu'une espèce migre plus vite que l'autre ?

<i>miscibilité</i>	<i>eau</i>	<i>éther</i>	<i>éthanol</i>
<i>benzaldéhyde</i>	<i>faible</i>	<i>forte</i>	<i>forte</i>
<i>eau</i>	-	<i>nulle</i>	<i>forte</i>

↓ Figure 4 : Méthode d'isolement



### Etape 3 : la purification

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

On utilise principalement deux méthodes de purification :

- La **recristallisation pour un solide**, basée sur la différence de solubilité dans un solvant approprié, du produit à obtenir et des impuretés.
- La **distillation pour un liquide**, basée sur la différence des températures d'ébullition du produit à obtenir et des impuretés.

### Etape 4 : la caractérisation

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

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

méthode	solide	Liquide
<i>Température de fusion</i>	X	
<i>Indice de réfraction</i>		X
<i>Température d'ébullition</i>	X	X
<i>Spectroscopie IR ou RMN</i>	X	X
<i>Chromatographie</i>	X	X

↓ Figure 5 : Banc Köfler

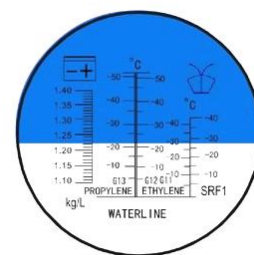
Surface : de 50°C à 260°C

Prix : de 2000 à 3000 €



I.

↓ Figure 6 : Réfractomètre portable (200 € env.)



Définition :

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

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

$\rho$  sans dimension  
 $n_p$  en mol  
 $n_{max}$  en mol

Dans le cas d'une synthèse s'effectuant en plusieurs étapes, le rendement total est égal produit des rendements de chaque étape.

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