

1 Les étapes d'une synthèse chimique

a. La synthèse chimique

Une **synthèse** est la fabrication d'une espèce chimique au laboratoire.

La chimie de synthèse permet de reproduire des espèces chimiques naturelles ou d'en créer de nouvelles. Ces espèces sont souvent mieux adaptées, plus performantes et moins chères que celles extraites de la nature (doc. A).

• La synthèse d'une espèce chimique au laboratoire s'effectue en général en quatre étapes :



• Si nécessaire, une **étape de purification** peut ensuite être réalisée.

b. Étape 1 : le prélèvement des réactifs

• Avant de prélever les réactifs, il faut rechercher leurs **pictogrammes de danger** et les consignes de sécurité associées.

• Si le réactif utilisé pour réaliser une synthèse est :

- un **solide** : on pèse alors une masse m ;
- un **soluté** : on mesure alors un volume de solution V_{solution} ;
- un **liquide** : on pèse alors une masse m ou on mesure un volume V .

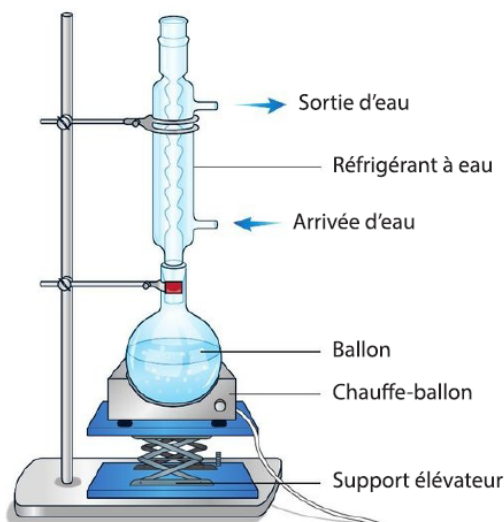
c. Étape 2 : la transformation chimique

Le produit est formé au cours de l'étape de **transformation chimique**.

Une augmentation de la température permet, en général, d'accélérer la réaction et de favoriser la dissolution des réactifs solides. À la fin de la transformation chimique, le milieu réactionnel est refroidi.

Le montage de **chauffage à reflux** permet de chauffer le milieu réactionnel tout en évitant les pertes de matière par vaporisation grâce au réfrigérant qui liquéfie les vapeurs.

Exemple : Dessin d'un montage de chauffage à reflux.



A La vanille de synthèse



> Pour des raisons de coût, on préfère synthétiser l'arôme de vanille que l'extraire naturellement.

Une fois la transformation chimique terminée, pourquoi refroidit-on le milieu réactionnel ?
Le milieu réactionnel est refroidi pour liquéfier les vapeurs toxiques et/ou pour favoriser la précipitation dans le cas de la synthèse d'un solide.

Pourquoi le support élévateur est-il en position haute ?
Pour pouvoir éloigner rapidement la source de chaleur.

Pourquoi ajoute-t-on parfois de la pierre ponce dans le ballon ?
La pierre ponce permet d'agiter et donc d'homogénéiser le mélange.


d. Étape 3 : l'isolement

L'**isolement** consiste à séparer le produit du milieu réactionnel (réactifs n'ayant pas réagi, autres produits de la réaction, solvant, etc.). L'isolement conduit au produit brut.

• Cas de l'isolement d'un produit solide :

Exemple : Isolement de l'**allantoïne**.

B Dispositif de filtration sous vide



> Lorsque l'eau circule, une aspiration dans la fiole à vide est créée grâce à la trompe à eau.

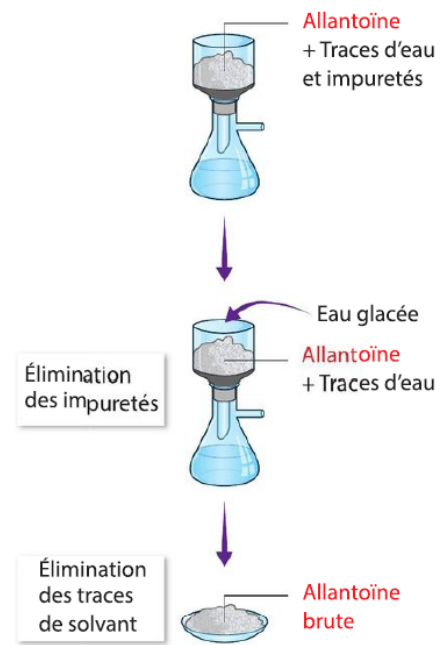
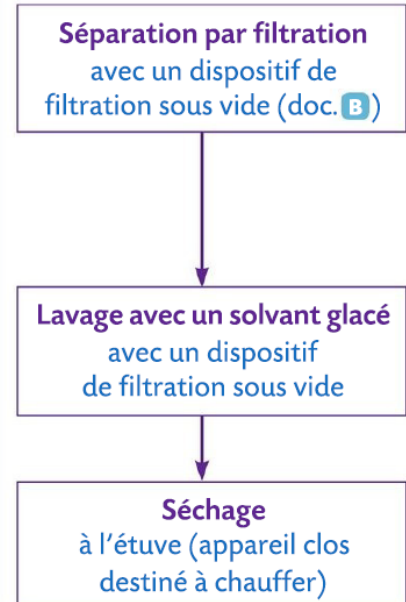
Pourquoi le solvant de lavage doit-il être glacé ?
Plus le solvant de lavage est froid, moins il solubilise le produit solide et plus on limite les pertes.

Pourquoi agite-t-on l'ampoule à décanter ?
On agite l'ampoule à décanter pour augmenter la surface de contact entre les deux phases et augmenter la vitesse de transfert des espèces.

C Ampoule à décanter

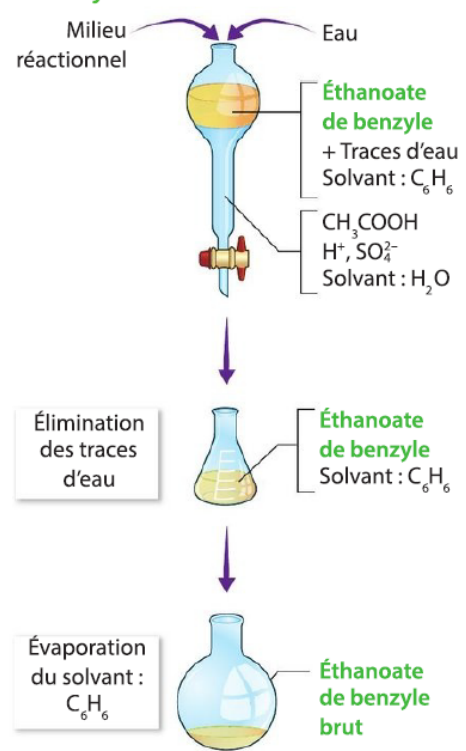
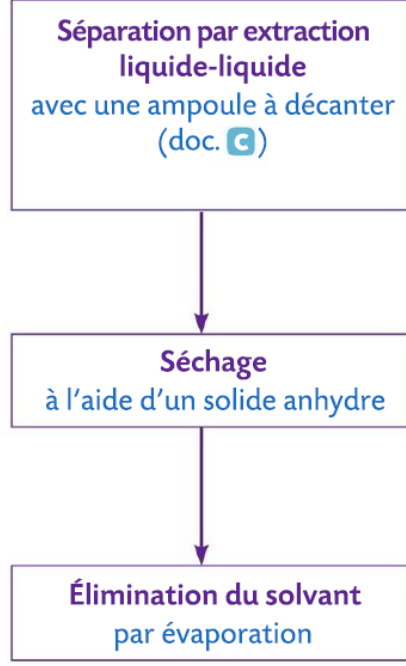


> Une ampoule à décanter permet de séparer deux liquides non miscibles.



• Cas de l'isolement d'un produit liquide :

Exemple : Isolement de l'**éthanoate de benzyle**.



e. Étape 4 : l'analyse

L'étape d'**analyse** permet l'identification de l'espèce chimique obtenue et le contrôle de sa pureté.

D Mesure d'une caractéristique physique



> Le banc Köfler permet de mesurer la température de fusion d'un solide.

• Mesure d'une caractéristique physique :

Pour identifier une espèce chimique, il est possible de mesurer l'une de ses **caractéristiques physiques** et de la comparer avec les valeurs répertoriées dans des tables de données.

Ces méthodes d'analyse dépendent en général de l'état physique du produit :
– pour un **solide**, on peut mesurer sa température de fusion (doc. **D**) ;
– pour un **liquide**, on peut mesurer sa masse volumique, sa température d'ébullition ou son indice de réfraction.

• Méthodes chromatographiques ou spectroscopiques :

Les méthodes **chromatographiques** et **spectroscopiques** sont adaptées à l'analyse des espèces chimiques solides et liquides.

f. L'étape éventuelle de purification

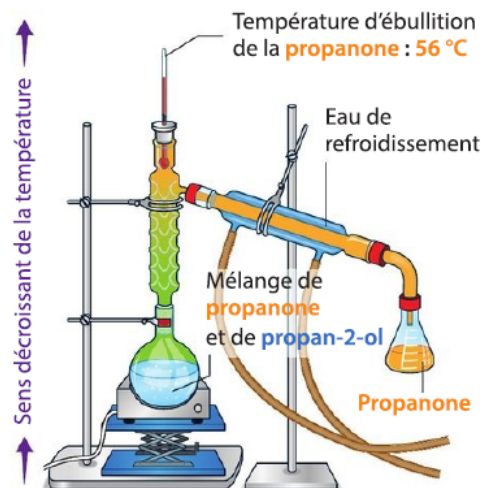
• Il est parfois nécessaire de **purifier** le produit obtenu. Pour purifier un liquide, on peut réaliser un montage de distillation fractionnée (doc. **E**).

Une **distillation fractionnée** permet de séparer les constituants d'un mélange de liquides miscibles ayant des températures d'ébullition nettement différentes. Le liquide le plus volatil est le **distillat**.

E Montage de distillation fractionnée



Exemple : Le propan-2-ol peut être obtenu à partir de la propanone. Si à la fin de la synthèse, il reste encore quelques traces de propanone, on peut les éliminer par distillation. En s'élevant dans la colonne à distiller, le mélange s'enrichit en constituant le plus volatil : la **propanone** ($T_{\text{éb}} = 56\text{ }^{\circ}\text{C}$). Le liquide dans le ballon s'enrichit en constituant le moins volatil : le **propan-2-ol** ($T_{\text{éb}} = 82\text{ }^{\circ}\text{C}$).



2 Le rendement

Le **rendement** η de la synthèse est le quotient de la quantité n_p de produit P effectivement obtenue par la quantité maximale n_{max} attendue. Il peut s'exprimer en pourcent.

$$\text{Sans unité} \rightarrow \eta = \frac{n_p}{n_{\text{max}}} \quad \left\{ \begin{array}{l} n_p \text{ et } n_{\text{max}} \\ \text{en mol} \end{array} \right.$$

Plusieurs raisons peuvent expliquer un rendement faible :

- la totalité du réactif limitant n'a pas été consommée ;
- le refroidissement n'a pas permis à tout le solide de précipiter ;
- des pertes de produit ont eu lieu lors des manipulations ;
- la réaction n'est pas totale, etc.

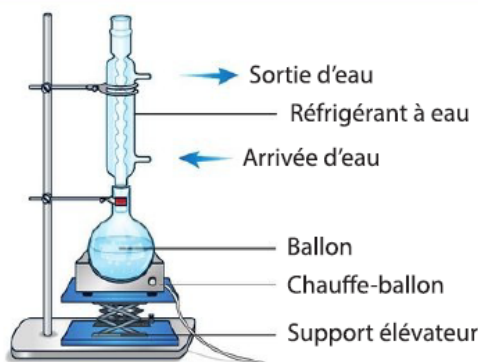
1 Les étapes d'une synthèse chimique

Étape 1 : Prélèvement des réactifs

Avant de prélever les réactifs, rechercher les pictogrammes de danger et suivre les consignes de sécurité pour les prélèvements.



Étape 2 : Transformation chimique



> Montage de chauffage à reflux

- Utiliser un **montage de chauffage à reflux** permet :
 - de chauffer le milieu réactionnel pour accélérer la transformation chimique et favoriser la dissolution des solides ;
 - d'éviter les pertes par vaporisation grâce au réfrigérant.
- À la fin de la transformation, **refroidir** le milieu réactionnel permet de liquéfier les vapeurs éventuellement toxiques et favorise éventuellement la précipitation du solide.

Étape 3 : Isolement

Produit solide

- Réaliser :
- une filtration (le plus souvent sous vide) ;
 - un lavage avec un solvant glacé ;
 - un séchage à l'étuve.

Produit liquide

- Réaliser :
- une extraction liquide-liquide ;
 - un séchage avec un solide anhydre ;
 - la vaporisation du solvant s'il y en a un.

Étape 4 : Analyse

Produit solide

Mesurer une température de fusion.

Produit liquide ou solide

- Réaliser :
- une chromatographie sur couche mince (CCM) ;
 - un spectre infrarouge (IR).

Produit liquide

- Mesurer :
- une température d'ébullition ;
 - une masse volumique ;
 - un indice de réfraction.

Étape 5 : Éventuelle purification

2 Le rendement

Rendement (sans unité) $\rightarrow \eta = \frac{n_p}{n_{\max}}$

n_p ← Quantité de produit effectivement obtenue (mol)

n_{\max} ← Quantité maximale de produit attendue (mol)