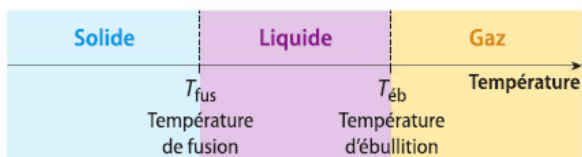


Révisions

Caractéristiques d'une espèce chimique

↳ Chapitre 5

- États physiques d'une espèce chimique pure :



- La **masse volumique** ρ d'une espèce chimique pure est sa masse par unité de volume. La masse m d'un échantillon de l'espèce et son volume V sont liés par : $\rho = \frac{m}{V}$
 ρ s'exprime en $\text{kg}\cdot\text{L}^{-1}$, en $\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$, en $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$, etc.

- Deux liquides sont dits **miscibles** si leur mélange est **homogène** après agitation. Ils sont dits **non miscibles** si leur mélange est **hétérogène**, c'est-à-dire constitué de deux **phases** (doc.).

Exemple de l'eau

- À pression atmosphérique :
 $T_{\text{fus}} = 0\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $T_{\text{éb}} = 100\text{ }^{\circ}\text{C}$
- Masse volumique de l'eau pure :
 $\rho = 1,00\text{ kg}\cdot\text{L}^{-1}$ ou $\rho = 1,00\text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$

Doc. Extraction du diiode

Dans l'ampoule, après décantation, on obtient un mélange hétérogène de diiode dissous dans l'eau et dans le cyclohexane.



Phase dont le solvant a la plus petite masse volumique

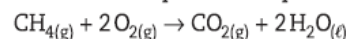
Transformation chimique et réactif limitant

↳ Chapitre 2

- Une **transformation chimique** consiste en la transformation des réactifs en produits. Elle est modélisée par une réaction chimique dont l'équation est : Réactifs \rightarrow Produits
- L'équation de réaction doit satisfaire à la **conservation de l'élément chimique et de la charge électrique**. Pour cela, il faut l'ajuster avec des nombres stœchiométriques devant les réactifs et les produits.
- La transformation peut être **exothermique** (dégager de l'énergie), **endothermique** (absorber de l'énergie) ou **athermique** (ni l'un ni l'autre).
- Le **réactif limitant** est celui dont il ne reste plus de traces à l'état final.

Exemple

La combustion du méthane CH_4 dans le dioxygène de l'air est une transformation exothermique. Elle peut être modélisée par une réaction chimique dont l'équation est :



1 mole de CH_4 réagit avec 2 moles de O_2 pour donner 1 mole de CO_2 et 2 moles de H_2O .

À la fin de la transformation, si le seul réactif restant est le dioxygène, c'est que le méthane est le réactif limitant.

Synthèse et analyse d'espèces chimiques

- Le montage de **chauffage à reflux** permet de chauffer un mélange réactionnel sans perte de matière et en toute sécurité. ↳ Fiche 16 « Chauffer » p. 442
- La **chromatographie sur couche mince (CCM)** permet de vérifier la pureté et la nature de l'espèce chimique synthétisée. ↳ Fiche 16 « Identifier » p. 444

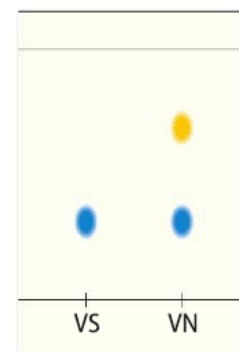
Exemple

La vanilline est présente dans la vanille. On analyse ci-contre la CCM de la vanilline synthétisée au laboratoire (dépôt VS) en la comparant à l'extrait de vanille naturelle (VN).



Interprétation du chromatogramme :

- **Lecture horizontale** : la vanilline synthétisée (VS) est identique à la vanilline de la vanille naturelle (migration au même niveau).
- **Lecture verticale** : la vanille naturelle (VN) est un mélange de vanilline et d'autres espèces, alors que la vanilline synthétisée est un corps pur.



1 Synthèse en chimie organique

a. Qu'est-ce qu'une synthèse ?

Une **synthèse** est l'ensemble des étapes de fabrication d'une ou de plusieurs espèces chimiques pures, impliquant la **transformation chimique** de réactifs. Les quatre grandes étapes d'une synthèse sont :

- la **transformation chimique** proprement dite (1 b);
- l'**extraction** du produit souhaité de son milieu réactionnel* (2);
- l'**identification** du produit et l'analyse de sa pureté (3 a);
- la **purification** éventuelle du produit (3 b).

Elle est dite «organique» si elle mène à une molécule organique.

Le **protocole expérimental** d'une synthèse varie selon les propriétés physico-chimiques* des espèces chimiques mises en jeu. Il vise à obtenir une quantité de matière maximale de produits recherchés dans des conditions de sécurité optimales (doc. 1).

Avant de commencer une synthèse, il convient de lire les **pictogrammes de danger** et **phrases de risques** associés aux espèces chimiques mises en jeu et d'en déduire les **consignes de sécurité** à suivre (port de gants, de lunettes, etc.), ainsi que les consignes de **récupération** des espèces utilisées.

▶ Pictogrammes de danger, rabat V ▶ Fiche 16 p. 442

b. La transformation chimique

Les réactifs se transforment en produits en suivant l'équation de réaction pendant une durée choisie.

Plusieurs paramètres expérimentaux améliorent la transformation :

Rôle du chauffage

Le **chauffage** du milieu réactionnel permet ou accélère la transformation chimique : il apporte l'énergie thermique qui rend plus nombreuses et plus efficaces les rencontres entre réactifs.

Le **montage de chauffage à reflux** permet de chauffer le milieu réactionnel sans perte de matière : les vapeurs qui s'échappent du milieu, en traversant le réfrigérant, sont condensées et retombent. On conserve ainsi les espèces chimiques dans le milieu réactionnel et on se protège des vapeurs émises (doc. 2).

Rôle du solvant

Pour que les réactifs se rencontrent, il faut les dissoudre dans un **solvant** où ils sont tous solubles. Le solvant peut aussi jouer le rôle de réactif.

Exemple

- Lors de la synthèse d'un savon, on choisit comme solvant l'éthanol,
- dans lequel tous les réactifs sont solubles.

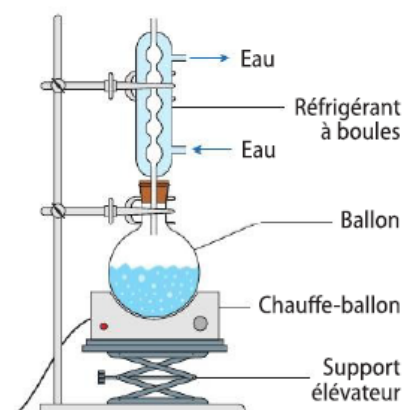
D'autres paramètres peuvent favoriser la transformation chimique : l'agitation, la concentration des réactifs, l'ajout d'un catalyseur*, une exposition à la lumière, etc.



Doc. 1 Un exemple de montages utilisés dans les laboratoires de chimie pour réaliser des synthèses.

Vocabulaire

- **Milieu réactionnel** (ou mélange réactionnel) : mélange où se produit la transformation chimique.
- **Propriétés physico-chimiques** d'une espèce chimique : caractéristiques telles que la couleur, les températures de changement d'état, la masse volumique, la solubilité, etc.
- **Catalyseur** : espèce chimique qui accélère une transformation. Ce n'est ni un réactif ni un produit dans l'équation-bilan de la réaction.



Doc. 2 Schéma du montage de chauffage à reflux.

▶ Fiche 16 «Chauffer» p. 442

2 Extraction du produit du milieu réactionnel

Après la transformation chimique, il faut **isoler** l'espèce chimique souhaitée (**produit brut**) du milieu réactionnel.

a. Cas où l'espèce chimique synthétisée est un liquide

Si l'espèce chimique à isoler est un **liquide non miscible** avec le mélange réactionnel, on peut l'isoler par **décantation** (doc. 3).

Exemple

On synthétise du butanoate de butyle. Ce dernier est un liquide de masse volumique $0,87 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ et n'est pas miscible avec son milieu réactionnel aqueux. La phase supérieure du mélange est la phase organique* constituée du butanoate de butyle seul car sa masse volumique est inférieure à celle de l'eau. La phase inférieure est la phase aqueuse*.

Si l'espèce chimique à isoler est un **liquide miscible** avec le mélange réactionnel, on peut la séparer par **distillation fractionnée** si la température d'ébullition de l'espèce chimique à isoler a au moins $20 \text{ }^\circ\text{C}$ d'écart avec celles des autres espèces chimiques présentes (doc. 4).

Exemple

À l'issue de la synthèse industrielle de l'éthanol, on obtient un mélange d'éthanol et d'eau, deux liquides miscibles entre eux. La température d'ébullition de l'éthanol est $78 \text{ }^\circ\text{C}$, celle de l'eau $100 \text{ }^\circ\text{C}$: on peut donc les séparer par distillation fractionnée. Lorsque le mélange est chauffé, l'éthanol entre en ébullition le premier. La température en tête de colonne se stabilise à $78 \text{ }^\circ\text{C}$ tant qu'il reste de l'éthanol dans le mélange. Les vapeurs d'éthanol sont condensées par le réfrigérant droit.

b. Cas où l'espèce chimique synthétisée est un solide

Si l'espèce à isoler est un **solide**, on la sépare du mélange réactionnel grâce à une **filtration simple** ou sur entonnoir Büchner (**filtration sur Büchner**) sous pression réduite, méthode plus efficace (doc. 5).

Exemple

Lors de la synthèse de l'aspirine, il reste des traces d'acide éthanóique, soluble dans l'eau froide, alors que l'aspirine ne l'est pas. On ajoute donc à l'entonnoir Büchner de l'eau distillée glacée pour laver l'aspirine.

c. Cas où l'espèce synthétisée est un soluté du mélange

Si l'espèce à isoler est **dissoute dans le milieu réactionnel**, on peut modifier les conditions expérimentales pour que sa solubilité diminue : par exemple, en changeant le pH, en refroidissant le milieu réactionnel ou en introduisant une autre espèce plus soluble dans le solvant (technique dite de **relargage**).

Si l'espèce à extraire est un solide, elle **crystallise**.

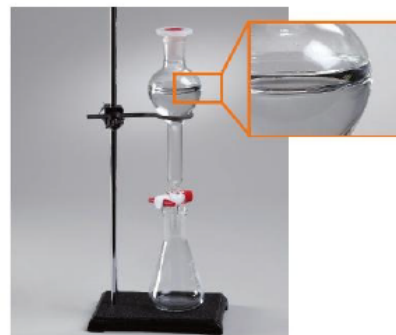
Exemple

Lors de la synthèse d'un savon, l'ajout d'une solution aqueuse saturée en sel diminue la solubilité du savon, qui précipite (doc. 6).

On peut aussi procéder à une **extraction liquide-liquide** par un solvant extracteur.

► Chapitre 5, cours 3b p. 115

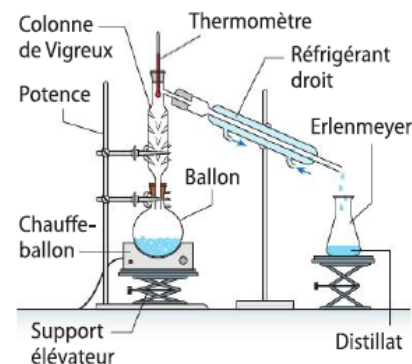
► Activités 1 p. 154 et 3 p. 156 ► Exercices 29 p. 165



Doc. 3 L'ampoule à décanter sert à séparer deux phases non miscibles.

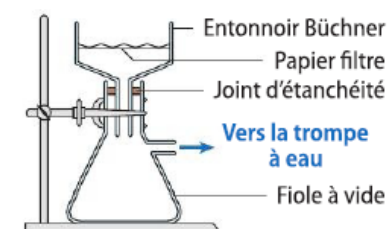
Vocabulaire

- **Phase aqueuse** : phase dont le solvant est l'eau.
- **Phase organique** : phase dont le solvant est un solvant organique non miscible à l'eau.



Doc. 4 Schéma légendé du montage de distillation fractionnée.

► Fiche 16 « Chauffer » p. 442



Doc. 5 Schéma légendé de la filtration sur entonnoir Büchner.

► Fiche 16 « Isoler » p. 443



Doc. 6 Opération de relargage dans un atelier de fabrication de savon de Marseille.

3 Efficacité de la synthèse

a. Identification du produit brut

L'étape d'identification permet de préciser la nature du produit brut obtenu et de vérifier sa pureté.

On utilise par exemple :

- la **température de fusion** à pression atmosphérique pour les solides, mesurée, par exemple, au banc Köfler ([doc. 7](#));
- la **température d'ébullition**, à une pression donnée, lors d'une distillation fractionnée pour les liquides ([doc. 8](#));
- la **masse volumique**; [Fiche 16 « Identifier » p. 444](#)
- la **solubilité** dans l'éluant lors d'une CCM; [Fiche 16 p. 444](#)
- les **propriétés spectroscopiques** infrarouge. [Chapitre 5](#)

b. Purification

L'étape de purification permet d'éliminer les impuretés (réactifs restants, autres produits, etc.) contenues dans le produit brut.

Les techniques de purification utilisent les différences de propriétés entre le produit recherché et les impuretés :

- **différence de températures d'ébullition** pour les liquides lors d'une distillation fractionnée;
- **différence de solubilités** dans un solvant pour les solides :
 - lavage d'un solide lors du filtrage;
 - **recristallisation***;
- **séchage** d'une phase organique contenant des traces d'eau : on y introduit un solide ionique anhydre (sulfate de magnésium, par exemple), dans lequel les quelques molécules d'eau encore présentes seront piégées. Le solide tombe au fond et on récupère la phase organique par filtrage.

c. Calcul du rendement d'une synthèse

Le rendement d'une synthèse quantifie son efficacité. Il est égal au quotient de la quantité de matière de produit pur obtenu expérimentalement (notée n_{exp}) par la quantité de matière maximale théorique de produit (notée n_{max}) :

$$\eta = \frac{n_{\text{exp}}}{n_{\text{max}}}$$

Il peut aussi se calculer comme un quotient de masses.

C'est un nombre sans unité, compris entre 0 et 1.

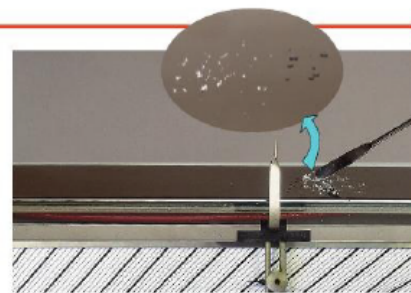
La quantité de matière maximale théorique n_{max} s'obtient par un **bilan de matière** de la réaction de synthèse, en la considérant comme totale.

La recherche vise à améliorer les rendements des synthèses tout en limitant l'impact sur l'environnement (chimie verte) ([doc. 9](#)).

Exemple

- La synthèse de l'arôme à l'odeur de banane est améliorée par un chauffage par micro-ondes : son rendement passe de 74 % à 92 % et la durée de la transformation de 45 min à 42 s, permettant de réelles économies d'énergie.

[Activité d'exploitation 3 p. 156](#) [Exercices 33 p. 165](#)



Doc. 7 Banc Köfler pour mesurer des températures de fusion. À l'aide du curseur, on mesure la température pour laquelle le solide fond.



Doc. 8 Lors d'une distillation fractionnée, on mesure la température d'ébullition du distillat, ce qui prouve sa nature.

Vocabulaire

- **Recristallisation** : on utilise la différence de solubilité dans un solvant des impuretés et du produit, à chaud et à froid.

La lettre grecque η se lit « èta ».



Doc. 9 Exemple de montage amélioré conçu pour un rendement optimal.

ÉTAPES D'UNE SYNTHÈSE CHIMIQUE

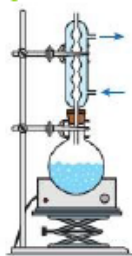
1 Transformation des réactifs en produits

→ Accélérée par l'agitation et le chauffage

Montage à reflux

Intérêts :

- évite les pertes de matière
- sécurité



Sécurité

Lire les pictogrammes avant toute manipulation d'espèces chimiques.

▶ Rabat V

2 Extraction du produit brut

Produit brut à isoler

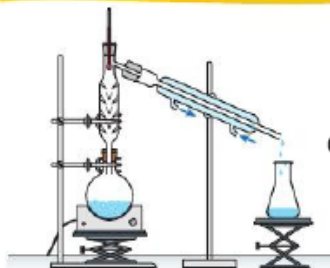
non miscible avec le mélange réactionnel

Décantation



Liquide miscible avec le mélange réactionnel

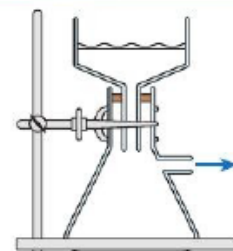
Distillation fractionnée



Il faut au moins 20 °C entre la température d'ébullition du produit à extraire et celle des autres espèces.

Solide dissous dans mélange réactionnel liquide

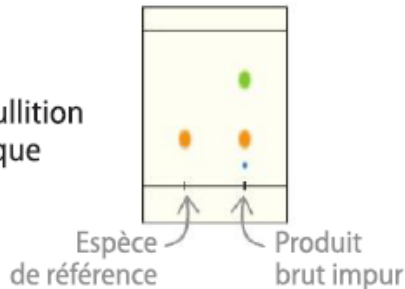
Cristallisation puis filtration sur Büchner



3 Analyse du produit brut

Techniques possibles :

- mesures de températures d'ébullition ou de fusion, de masse volumique
- spectroscopie IR
- chromatographie



4 Purification

Utiliser les différences de solubilités des impuretés et du produit dans un même solvant (**recristallisation, relargage**).

On peut aussi utiliser la **distillation fractionnée**.

Efficacité de la synthèse

$$\eta = \frac{n_{\text{exp}}}{n_{\text{max}}}$$

Quantité de matière de produit obtenue expérimentalement

Quantité de matière maximale obtenue par un bilan de matière théorique

Plus le rendement η est proche de 1, plus la synthèse est efficace.