

Les étapes d'une synthèse en chimie organique

Ne pas oublier de prendre en compte la dangerosité des composés utilisés (regarder les pictogrammes de sécurité).

But : Savoir Associer aux différentes étapes mises en œuvre les différentes étapes d'un protocole de synthèse : **transformation ; séparation ou isolement du produit synthétisé, purification, analyse.**

Vidéo résumé très proche : Synthèses organiques - 1ERE - Spé CHIMIE [David Latouche](#)

1) Transformation des réactifs

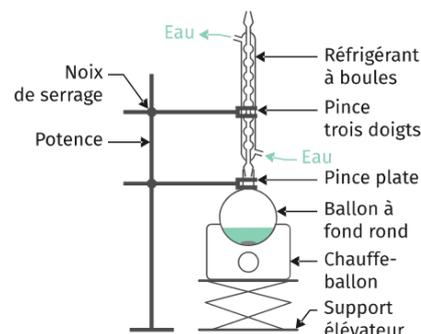
De nombreuses molécules d'intérêt (principes actifs de médicaments, molécules odorantes, etc.) sont artificielles ou disponibles dans la nature en très faible quantité. Il est donc nécessaire de synthétiser des espèces chimiques.

Espèce chimique : est par définition pure, elle répond à une formule brute précise (et ne contient par exemple qu'un seul type de molécules dans le cas d'une synthèse organique)

Une synthèse organique consiste à faire réagir plusieurs molécules, appelées réactifs, afin d'en obtenir de nouvelles, appelées produits.

La première étape d'une synthèse consiste à transformer, à l'aide d'une réaction chimique, **des réactifs** en une ou plusieurs molécules différentes, appelées **produits** de la réaction.

Pour réaliser la transformation des réactifs, ceux-ci doivent être mis en contact. On a généralement recours à un solvant qui permet de solubiliser et de mélanger les différents réactifs (et à un **catalyseur**, notion vue en terminale)



Doc. 1 : Dispositif de chauffage à reflux

La réaction peut ensuite avoir lieu à froid mais on utilise souvent un **montage à reflux (doc. 1)** qui permet d'accélérer la réaction tout en évitant les pertes de matière.

Un schéma permet de décrire les dispositifs expérimentaux rapidement. Ceux-ci doivent être clairs, complets et correctement légendés

Rappels : → On écrit le bilan d'une transformation chimique sous la forme d'une équation :



→ On ajoute entre parenthèses l'état physique de chaque composé :

(s) pour solide, (l) pour liquide, (g) pour gazeux et (aq) seulement pour un soluté dissous en phase aqueuse.

Remarque : le calcul des quantités de matière dépend de l'état physique (voir carte mentale)

2) Isolement du produit synthétisé

Une fois la réaction terminée, on obtient un mélange contenant le produit synthétisé mais aussi les restes du milieu réactionnel.

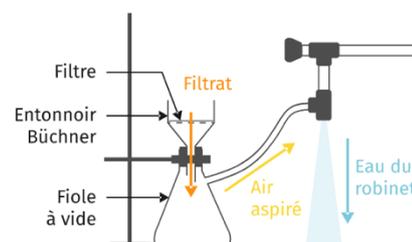
Il est alors nécessaire d'isoler le produit synthétisé. On peut alors utiliser :

1) Une méthode basée sur une propriété physique

- une filtration s'il s'agit d'un solide

Doc. 2 : Dispositif de filtration sous vide

Afin d'accélérer la filtration, celle-ci peut avoir lieu sous vide à l'aide d'un entonnoir Büchner (**doc. 2**). Lors d'une **filtration**, le solvant choisi pour le lavage doit être tel que le produit y est très peu soluble et que les autres composés y sont très solubles.



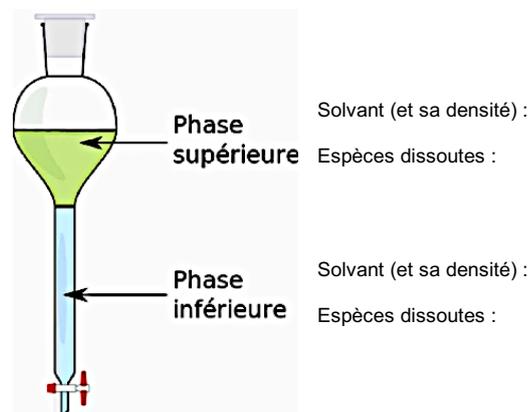
- une extraction liquide-liquide.

Pour isoler un produit à l'aide d'une **extraction liquide/liquide**,

il faut choisir un solvant dans lequel le produit est très soluble et, à l'inverse, dans lequel les autres composés restant dans le milieu réactionnel sont peu solubles.

Le solvant utilisé pour l'extraction ne doit pas être miscible avec celui présent dans le milieu réactionnel.

- on regarde attentivement les données du protocole (ou on les recherche : masse volumique, solubilité dans l'eau, etc..)



2) Une méthode basée sur une propriété chimique

- On peut par exemple éliminer une espèce de la phase organique (réactif en excès) en la transformant et en rendant le produit formé soluble dans la phase aqueuse (exemple élimination d'un acide situé dans la phase organique en le faisant réagir avec une base en solution aqueuse, lors d'une agitation : **on utilise généralement l'ion HCO_3^- , voir avantage dans AE Arôme banane**).

3) Purification

Le « produit » obtenu isolé (appelé produit brut) n'est souvent pas pur. Il contient des impuretés
Impureté : tout composé encore présent avec le produit d'intérêt à la fin d'une réaction.

Une partie de la purification peut déjà avoir lieu lors de l'étape d'isolement :
la filtration et l'extraction liquide-liquide sont souvent suivies d'une étape de lavage.

On peut ensuite réaliser une nouvelle étape pour la purification :

- soit une recristallisation pour un solide :

<https://podv2.unistra.fr/video/46195-la-recristallisation/> ou <https://www.jove.com/fr/embed/player?id=10184&t=1&s=1&fpv=1>

voir les 58 premières secondes (et plus... si affinité)

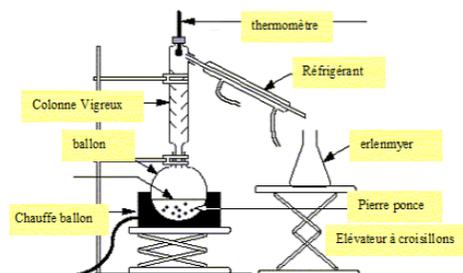
page internet d'extraction du lien précédent : <https://www.jove.com/fr/v/10184/purifying-compounds-by-recrystallization?language=French>
Jove ? https://en.wikipedia.org/wiki/Journal_of_Visualized_Experiments

Le montage de recristallisation est un montage à reflux dans lequel on introduit le produit brut solide et un solvant.
Après avoir chauffé puis refroidi le mélange, le produit brut cristallise alors que les impuretés restent en solution.

Pour purifier un composé lors d'une **recristallisation**, il faut choisir précisément le solvant : le produit doit y être soluble à chaud mais pas à froid, contrairement aux impuretés qui doivent y être solubles à chaud comme à froid.

- soit une distillation fractionnée pour un liquide.

La distillation fractionnée permet de séparer les constituants d'un mélange liquide : on récupère les espèces par température d'ébullition croissante.



Doc. 3 - Montage de distillation fractionnée

4) Analyse du produit obtenu

4.1 **Identification.** Toutes ces méthodes nécessitent l'utilisation d'une petite quantité du produit synthétisé.

Afin de contrôler la pureté du produit synthétisé et de s'assurer qu'il s'agit du produit souhaité, il faut procéder à une analyse du produit purifié.

Pour identifier la nature du produit synthétisé et vérifier sa pureté, plusieurs méthodes sont possibles.

Parmi elles figurent notamment la chromatographie sur couche mince (ou CCM), la mesure d'une température de changement d'état ou encore l'analyse par spectroscopie infrarouge.

La chromatographie sur couche mince permet de vérifier rapidement la présence d'impuretés mais aussi de vérifier la nature du produit si on dispose d'une référence (produit pur commercial par exemple).

En effet, le chromatogramme d'un produit pur ne doit contenir qu'une seule tache et celle-ci doit se trouver à la même hauteur que celle du produit de référence.

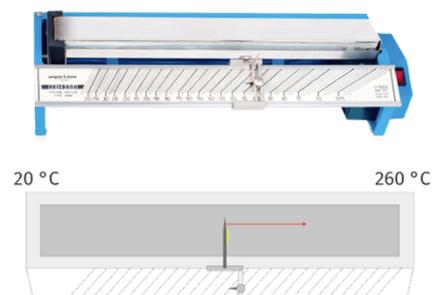
Pour un solide, on mesure généralement sa température de fusion à l'aide d'un banc Köfler (**doc. 4**).

La température mesurée doit correspondre à la température de fusion du composé désiré. Sinon le produit n'est pas pur ou il ne s'agit pas du bon composé.

Température de fusion : elle correspond au changement d'état solide → liquide pour une espèce chimique.

Doc. 4 Principe d'un banc Köfler

Enfin, la **spectroscopie infrarouge** permet de vérifier les groupes caractéristiques présents sur le produit obtenu.



Rappels : → Attention, en chimie le terme « produit » a plusieurs sens.

Pour éviter les confusions, on réservera ce terme au cas des réactions chimiques et on utilisera les expressions « composé chimique » ou « espèce chimique » pour parler d'un produit chimique de manière générale.

→ Pour calculer la quantité maximale de produit attendue, on se place dans le cas d'une réaction totale.

→ On raisonne avec les quantités de matière et éventuellement on peut dresser un tableau d'avancement

4.2 Calcul du rendement

Une fois le produit pur identifié, il est intéressant de calculer le rendement de la réaction. Celui-ci caractérise la qualité de la transformation : un rendement de 100 % indique que l'on a obtenu la quantité maximale de produit possible, un rendement proche de 0 % indique une réaction qui a mal fonctionné ou au cours de laquelle il y a eu beaucoup de pertes.

Calcul du rendement η d'une réaction :

$\eta = \text{quantité de produit obtenu expérimentalement} / \text{quantité maximale de produit que l'on aurait pu obtenir}$

La quantité maximale de produit que l'on aurait pu obtenir se calcule en faisant l'hypothèse d'une réaction totale et sans aucune perte de matière.

Un rendement est toujours inférieur à 1. Pour avoir le résultat en pourcentage, il suffit de multiplier ensuite par 100.

Remarque : La quantité peut désigner ici la masse de produit, sa quantité de matière ou son volume, à condition d'utiliser la même grandeur au numérateur et au dénominateur.

Pour calculer le rendement d'une synthèse en plusieurs étapes, il suffit de multiplier le rendement des différentes étapes.

Application : L'acétate d'éthyle se retrouve à l'état naturel, en faibles quantités, dans des produits comme le rhum.

On réalise la synthèse de l'acétate d'éthyle grâce à la réaction entre l'acide éthanoïque et l'éthanol, modélisée par l'équation de réaction suivante : $\text{CH}_3\text{COOH}(\text{l}) + \text{C}_2\text{H}_5\text{OH}(\text{l}) \rightarrow \text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5(\text{l}) + \text{H}_2\text{O}(\text{l})$.

Données : **Masse volumique de l'acétate d'éthyle :** $\rho_{\text{ae}} = 0,900 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$;

Masse molaire de l'acétate d'éthyle : $M_{\text{ae}} = 88,1 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$.

Pour cela, on fait réagir un mélange équimolaire de 0,10 mol d'acide éthanoïque et 0,10 mol d'éthanol. Après réaction, on isole un volume $V_{\text{ae}} = 5,9 \text{ mL}$ d'acétate d'éthyle (ae).

1. Calculer la quantité de matière maximale d'acétate d'éthyle qui aurait pu être synthétisée.
2. En déduire le rendement de cette réaction.

Corrigé : 1. Avec une réaction totale on obtiendrait $n_1 = 0,10 \text{ mol}$ de produit.

2. Ici la quantité de produit obtenue est $n_2 = \rho(\text{ae}) \times V(\text{ae}) / M(\text{ae}) = 0,060 \text{ mol}$.

On en déduit le rendement : $\eta = n_1 / n_2 = 0,60 = 60 \%$.