

## Stratégie de synthèse des molécules en chimie organique

### Compétences

- Effectuer une analyse critique de protocoles expérimentaux pour identifier les espèces mises en jeu, leurs quantités et les paramètres expérimentaux
- Justifier le choix des techniques de synthèses et d'analyse utilisées
- Comparer les avantages et les inconvénients de deux protocoles
- Extraire et exploiter des informations en lien avec :
  - la chimie durable
  - la valorisation du CO<sub>2</sub>
 pour comparer les avantages et les inconvénients de procédés de synthèse du point de vue du respect de l'environnement.

### Plan

- 1- avant l'expérience....
- 2- étape 1 : choix du montage
- 3- étape 2 : séparation des réactifs et produits (isolement)
  - 3.1- la filtration sous vide animation
  - 3.2- l'extraction liquide-liquide animation
- 4- Étape 3 : la purification
  - 4.1- la recristallisation
  - 4.2- la distillation
- 5- étape 4: les analyses
- 6- étape 5: le calcul de rendement

On veut synthétiser au laboratoire une molécule par exemple l'arôme de banane. Imaginer les différentes étapes permettant d'effectuer cette synthèse.

## 1- avant l'expérience....

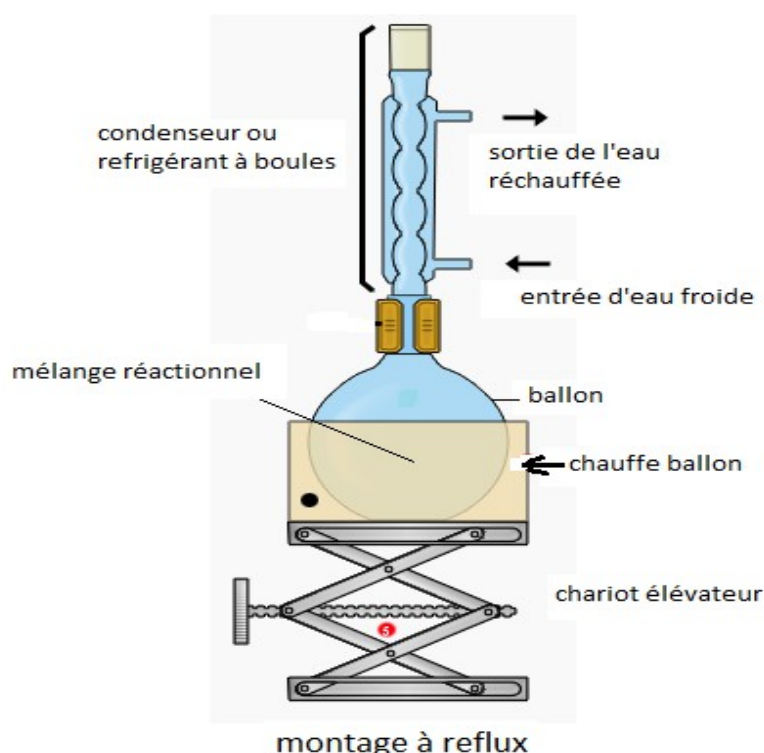
**Synthétiser** une espèce chimique signifie la produire à partir de réactifs. Pour cela il faut :

- choisir les réactifs ainsi que leur quantité de matière
  - choisir un **solvant** dans lequel les réactifs ont une bonne **solubilité**.
  - choisir un **catalyseur** pour **accélérer** la réaction chimique
  - choisir la **température**, la **pression**, **l'éclairage**, **le réacteur**, de manière à obtenir un bon rendement au cours de la synthèse.
  - évaluer les risques humains et environnementaux liés à la production
- Il faut ensuite évaluer le **coût** de la masse d'espèce produite et donc connaître le rendement.

## 2- étape 1 : choix du montage

Certaines réactions se font à froid, à pression atmosphérique, il suffit de mélanger les réactifs dans le réacteur et d'utiliser le bon catalyseur. Lorsque la réaction nécessite un apport de chaleur (l'élévation de température catalyse la réaction) on peut utiliser **un montage à reflux** (cas de la fabrication de l'arôme de banane). Montage à reflux\_ [animation](#)

Au cours de l'expérience utilisant un montage à reflux, les vapeurs de réactifs et produits montent dans le condenseur et repasse sous forme liquide. Les vapeurs se condensent et refluent dans le ballon. Intérêt ? **Aucune perte de produits ou réactifs**, le **rendement** de la synthèse est **amélioré**. De plus les espèces chimiques qui s'échappent peuvent être **nocives** à l'environnement.



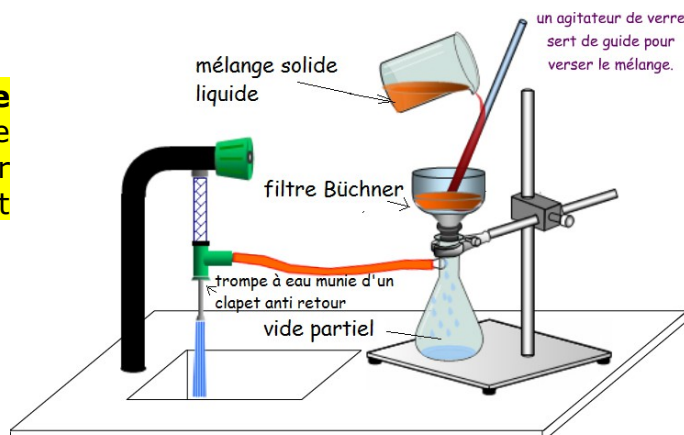
## 3- étape 2 : séparation des réactifs et produits (isolement)

Lors de la réaction  $A + B \rightarrow C$ , il peut rester dans le réacteur une certaine quantité de réactifs A et B qu'il faut séparer puis éliminer.

2 méthodes:

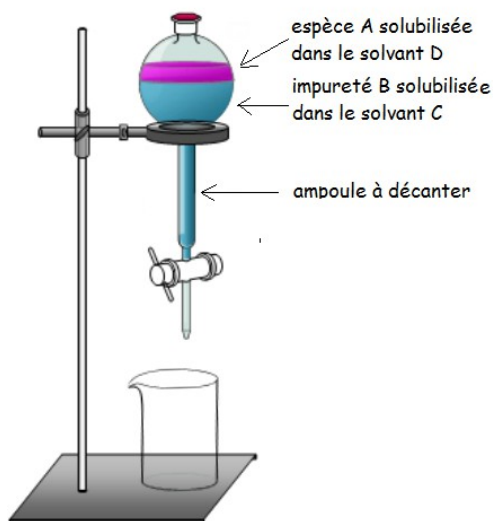
### 3.1- la filtration sous vide [animation](#)

La filtration d'un **mélange liquide-solide** s'effectue sous vide partielle. Une fiole à vide munie d'un entonnoir Büchner permet d'effectuer la filtration. Le solide (ou le liquide suivant l'espèce chimique produite) est ensuite récupéré.



### 3.2- l'extraction liquide-liquide [animation](#)

Considérons un mélange de 2 liquides A et B dans un solvant C. On veut récupérer A et éliminer B. On ajoute au mélange un autre solvant D dans lequel A est plus soluble que B. A va se solubiliser préférentiellement dans D. Il suffira alors d'éliminer après décantation dans l'ampoule à décanter, le solvant C contenant l'impureté B.



## 4- Étape 3 : la purification

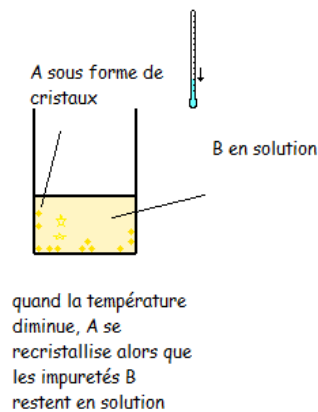
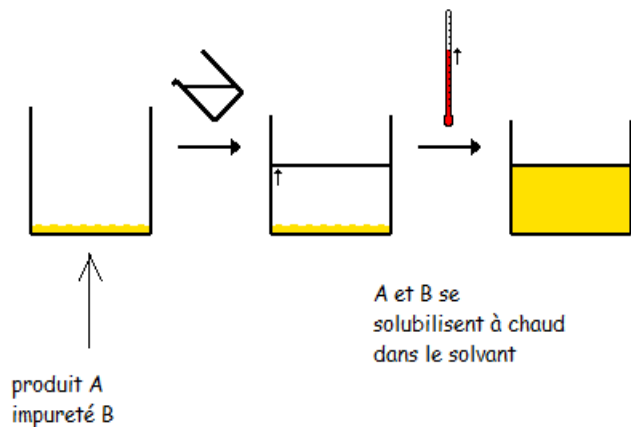
L'opération de **purification** consiste à éliminer les impuretés dans un produit.

Il existe 2 méthodes:

### 4.1- la recristallisation

#### [Vidéo de l'expérience](#)

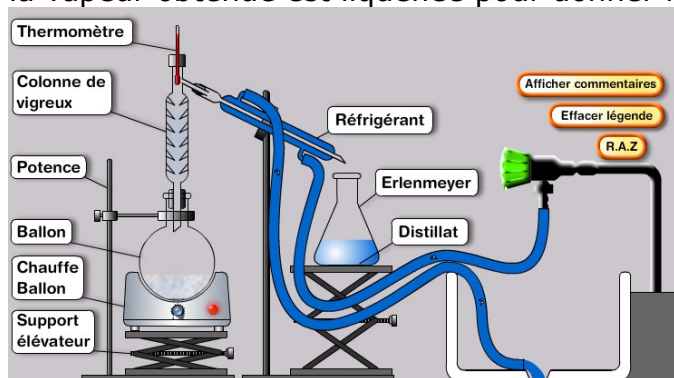
La technique de purification par recristallisation est utilisée pour les solides. Le produit à obtenir A est mélangé avec une impureté B. On dissout l'ensemble dans un solvant à chaud. Le produit A est moins soluble que les impuretés. Lorsque le mélange refroidit A se recristallise et les impuretés B restent en solution. Il suffit d'éliminer le solvant par filtration et ne garder que les cristaux A.



## 4.2- la distillation

### Vidéo de l'expérience

La **distillation** est un procédé de **séparation** de mélange de substances liquides dont les **températures d'ébullition** sont **différentes**. Elle permet de séparer les constituants d'un mélange homogène. Sous l'effet de la chaleur, les substances se vaporisent successivement, et la vapeur obtenue est liquéfiée pour donner le distillat.



Animation: hydrodistillation G Leclerc collège Jean Maceo

Exemple: le produit brut est constitué du produit A et d'impuretés B. La température d'ébullition de A est  $T = 60^{\circ}\text{C}$ , celle de B est de  $80^{\circ}\text{C}$ . Le produit A se volatilise en premier lorsque la température du mélange est de  $60^{\circ}\text{C}$ . Les vapeurs de A se condensent et sont récupérées dans l'erlenmeyer. Les impuretés restent dans le ballon et sont ainsi séparées du produit A

## 5- étape 4: les analyses

Une fois le produit A séparé puis purifié, il faut contrôler sa pureté et l'identifier.

Il existe plusieurs méthodes:

- Chaque espèce chimique A pure à une température de fusion précise  $T_f(A)$ . **Pour les solides**, on mesure la température de fusion du produit obtenu sur **un banc Köfler** ([vidéo](#)). S'il fond à une température égale à  $T_f(A)$ , le produit obtenu est pur.
- pour les liquides, on mesure leur indice de réfraction  $n$  avec un réfractomètre, leur température d'ébullition, ou on effectue une **chromatographie**.

**Réfractomètre pour aquarium marin**, permettant de mesurer la salinité et la densité de l'eau avec précision et efficacité.

Son principe de fonctionnement repose sur la détermination de l'indice de réfraction de la lumière qui traverse le liquide posé sur son prisme. Cet indice dépend directement de la quantité de sel présente dans la solution.



- pour les solides et les liquides on effectue un **spectroscopie IR** ou une **RMN** (voir chapitre 4)

## 6- étape 5: le calcul de rendement

On appelle **rendement 'r'** d'une synthèse, le **rapport** entre la quantité de matière  $n_{\text{exp}}$  de produit formé expérimentalement sur la quantité de matière  $n_{\text{totale}}$  obtenue si la réaction était totale. De plus le rendement est égal à la masse  $m_{\text{exp}}$  de produit obtenue expérimentalement sur la masse  $m_{\text{totale}}$  de produit obtenue si la réaction était totale:

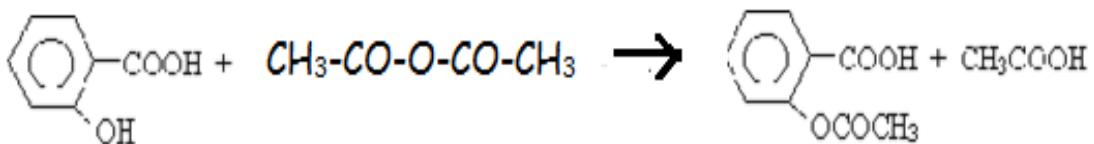
$$r = \frac{n_{\text{exp}}}{n_{\text{totale}}} = \frac{\frac{m_{\text{exp}}}{M}}{\frac{m_{\text{totale}}}{M}} = \frac{m_{\text{exp}}}{m_{\text{totale}}}$$

Si les produits formés sont sous forme gazeuse, le rendement 'r' est égale au rapport du volume obtenu expérimentalement  $V_{\text{exp}}$  sur le volume  $V_{\text{total}}$  obtenu si la réaction était totale :

$$r = \frac{n_{\text{exp}}}{n_{\text{totale}}} = \frac{\frac{V_{\text{exp}}}{Vm}}{\frac{V_{\text{total}}}{Vm}} = \frac{V_{\text{exp}}}{V_{\text{total}}}$$

Bien entendu le rendement doit être le plus **grand possible !**

**Exemple :** Synthèse de l'aspirine : On prépare l'aspirine à partir de l'acide salicylique qui porte un groupement -OH (fixé sur le cycle benzénique) et peut, comme un alcool, subir une estérification. Dans un erlenmeyer, on introduit 5,00 g d'acide salicylique, 7,0 mL d'anhydride éthanóique et 5 gouttes d'acide sulfurique. Ce mélange est chauffé à reflux à 60°C pendant 20 minutes avec agitation. On retire l'erlenmeyer du bain-marie et, avec précaution, on ajoute environ 50 mL d'eau distillée froide par le haut du réfrigérant; on place l'erlenmeyer dans de l'eau glacée. L'aspirine formée précipite; elle est ensuite filtrée sur Büchner. Le produit sec est pesé : sa masse est de  $m_{\text{exp}} = 4,20$  g. L'équation de la réaction de synthèse de l'aspirine est de la forme :



a) Déterminer le réactif limitant

b) Calculer la masse d'aspirine obtenue si le rendement était de 100 %. Calculer le rendement effectif r de cette réaction.

Masses molaires de : l'acide salicylique :  $138 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$  ; l'anhydride  $M_A = 102 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$  ; l'aspirine :  $180 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$  ; Densité de l'anhydride  $d = 1,08$

Ex n°5 p506

Activité 2 p490 (synthèse de l'acétate d'isoamyle)

28 p296 (rendement et IR)

Ex 13p508 (protocole)