

# PARTIE 6 : CHIMIE ORGANIQUE

## Séquence 3

### Séance 1 : Stratégies de synthèse en chimie organique

La synthèse organique est une discipline dans laquelle de nombreux paramètres sont à prendre en compte afin d'obtenir des produits purs avec de bons rendements, en toute sécurité et à moindre coût.

#### I. Stratégies de synthèses

##### 1. Introduction

La réaction de synthèse elle-même se fait souvent dans un solvant (pour mettre les réactifs en contact) et à l'aide d'un **montage de chauffage à reflux** pour chauffer le milieu réactionnel.

A l'issue de cette synthèse, on obtient souvent un mélange de produit. Il est alors nécessaire de mettre en œuvre des techniques permettant **de séparer et d'extraire** le produit désiré du mélange réactionnel.

Il faut ensuite s'assurer que le produit final est bien le produit recherché. Il faudra donc connaître les **méthodes permettant d'identifier un produit et d'en contrôler la pureté**.

Si le produit n'est pas pur, on pourra procéder à une **purification**.

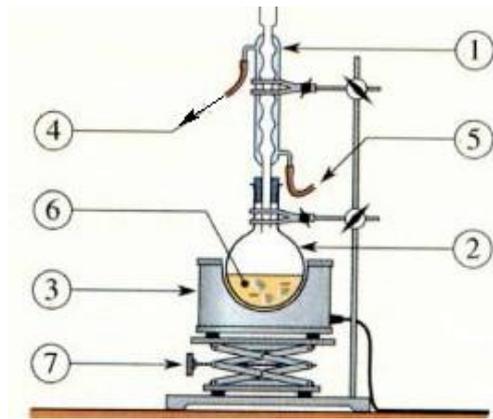
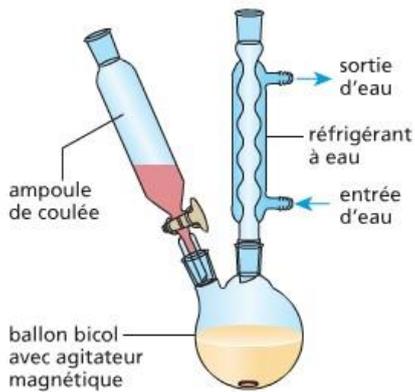
Une fois le produit pur obtenu, on en détermine la quantité de matière pour évaluer le rendement de la synthèse.

##### 2. Analyses de protocoles

###### a. Etape 1 : choix du montage

Selon les paramètres expérimentaux choisis, l'expérimentateur opte pour le montage à utiliser.

- **L'ampoule de coulée** permet d'ajouter l'un des réactifs progressivement – pour limiter un échauffement nuisible, par exemple.
- **Le montage à reflux** permet d'augmenter la température du milieu sans perte par évaporation. La réaction se déroule alors à la température d'ébullition du solvant et les vapeurs de ce dernier se condensent dans le réfrigérant à boules ; **des grains de pierre ponce régulent l'ébullition**.



**L'agitation** homogénéise les concentrations et la température ; elle aide aussi à solubiliser les réactifs.

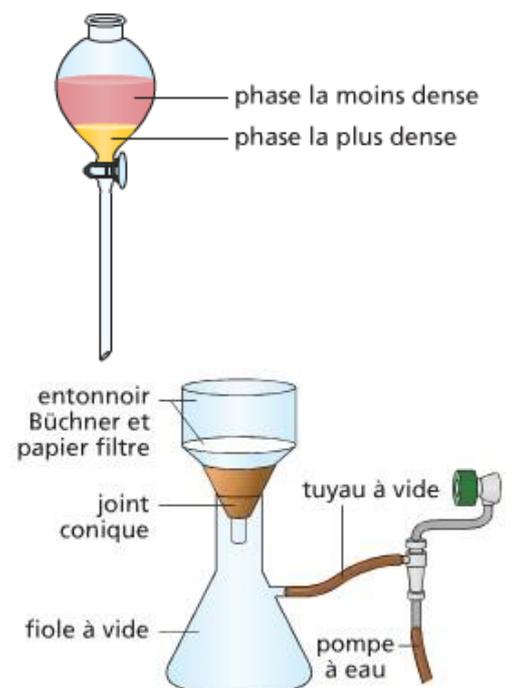
### b. Étape 2 : choix de la méthode de séparation

Une fois la réaction terminée, le milieu réactionnel doit être traité **pour isoler le produit désiré** du solvant, des réactifs en excès ou encore des produits non désirés.

- **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.

- **La filtration** sépare un solide d'une phase liquide ; elle peut être réalisée sous vide (Büchner) ou non.



- **Le séchage** de la phase organique par le sulfate de magnésium ou de sodium anhydres qui capte les traces d'eau présentes en fin d'extraction ou de lavage.

### c. Étape 3 : choix de la technique de purification

Les étapes de traitement conduisent à l'obtention d'un produit dit « **brut** » mais ne permettent pas toujours de retirer la totalité des impuretés : il faut alors purifier le produit grâce à une technique appropriée.

- La **distillation** sépare les constituants **d'un mélange liquide** dont les températures d'ébullition sont différentes.
- La **recristallisation** élimine des impuretés présentes dans un solide **en jouant sur les différences de solubilité du produit et des impuretés dans un minimum de solvant en fonction de la température**.

Choix de la recristallisation dans l'éthanol d'un produit P contenant des impuretés à l'aide des données adéquates :

- **A chaud, le produit et les impuretés se dissolvent dans l'éthanol.**
- **En refroidissant la solution, seul P cristallise** puisque non soluble à froid et les **impuretés restent en solution car solubles à froid** ; le produit a été purifié.

### d. Étape 4: choix de la technique de caractérisation

Différents types d'analyses permettent d'identifier et de contrôler la pureté du produit synthétisé : CCM, spectre IR, spectres RMN du proton, spectres UV-visible, température de fusion (banc Kofler).

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

### e. Calcul du rendement de la synthèse

Le rendement  $\eta$  d'une synthèse est donné par le rapport entre la quantité de matière de produit effectivement obtenue  $n_{\text{exp}}$  et la quantité de matière maximale qui pourrait théoriquement se former  $n_{\text{th}}$ .

$$\eta = \frac{n_{\text{exp}}}{n_{\text{théo}}} \times 100$$

$n_{\text{exp}}$  est obtenue après purification, et  $n_{\text{th}}$  est calculée pour un avancement maximal.