

Chapitre 7 : LA SYNTHÈSE

- Identifier, dans un protocole, les étapes de transformation des réactifs, d'isolement, de purification et d'analyse (identification, pureté) du produit synthétisé.
- Justifier, à partir des propriétés physico-chimiques des réactifs et produits, le choix de méthodes d'isolement, de purification ou d'analyse.
- Déterminer, à partir d'un protocole et de données expérimentales, le rendement d'une synthèse.
- Schématiser des dispositifs expérimentaux des étapes d'une synthèse et les légènder.

I. Les étapes de la synthèse

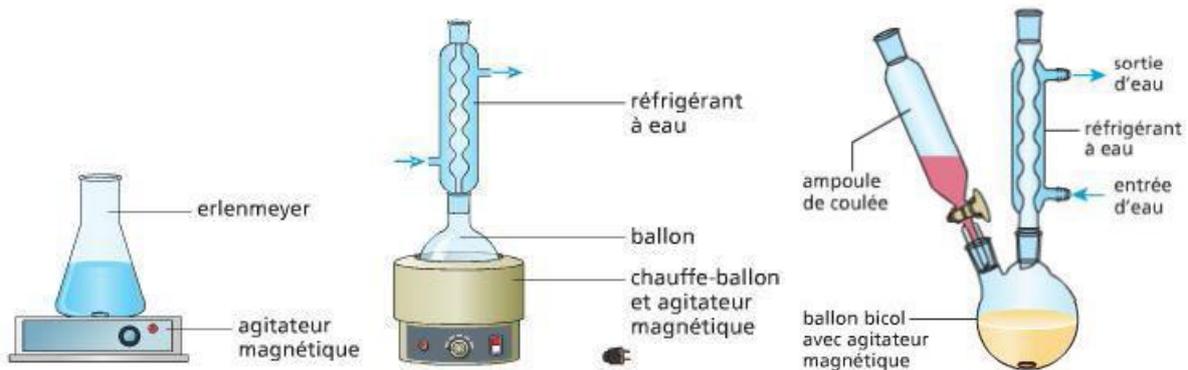
Définition :

1) Analyse de protocole

2) Les différentes étapes

Etape 1 : la réaction chimique

- l'agitation homogénéise les concentrations et la température ; elle aide aussi à solubiliser les réactifs ;
- l'ampoule de coulée permet d'ajouter l'un des réactifs progressivement (pour éviter un échauffement nuisible par exemple) ;
- le montage à reflux permet d'augmenter la température du milieu sans perte de matière 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. Des grains de pierre ponce régulent l'ébullition.



Etape 2 : traitement du milieu réactionnel

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 ;

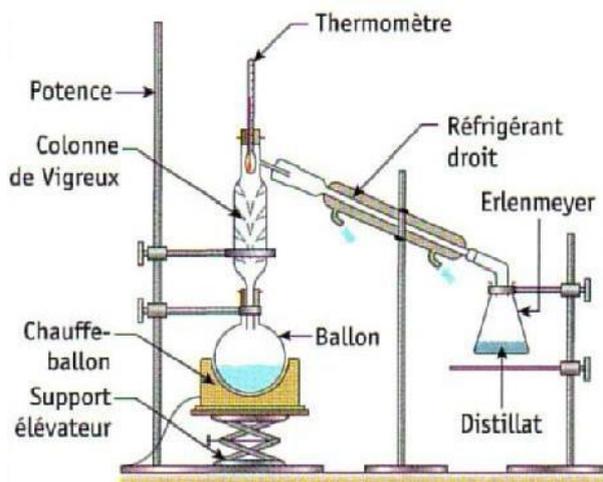
- l'extraction avec une ampoule à décanter tire profit de la différence de solubilité des espèces chimiques dans deux solvants non miscibles. Elle permet aussi le lavage d'une phase organique, si les impuretés sont solubles en phase aqueuse, soit l'extraction du produit cherché d'une phase aqueuse ;
- le séchage de la phase organique par le sulfate de magnésium anhydre qui capte les traces d'eau présentes en fin d'extraction ou de lavage
- l'évaporation du solvant tire profit des faibles températures d'ébullition des solvants courants. Elle est réalisée en chauffant sous vide, ou non, dans un évaporateur ;
- la filtration sépare un solide d'une phase liquide, elle peut être réalisée sous vide ou non.



Etape 3 : isolement, 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 les impuretés présentes dans un solide en jouant sur les différences de solubilité du produit et des impuretés dans un solvant en fonction de la température ;

Etape 4 : caractérisation

Différents types d'analyse permettent d'identifier et contrôler la pureté du produit synthétisé : CCM, spectres IR, spectres RMN, spectres UV-visible, température de fusion



banc Koffler

II. Rendement d'une synthèse

On appelle rendement ρ de la synthèse le rapport de la quantité n_p de produit obtenu sur la quantité maximale n_{max} possible.

$$\rho = \frac{n_p}{n_{max}}$$

ρ sans dimension
 n_p en mol
 n_{max} en mol

Exemple :

On obtient le paracétamol $C_8H_9NO_2$ et de l'acide éthanoïque $C_2H_4O_2$ par réaction entre le *paraaminophénol* C_6H_7NO et l'anhydride acétique $C_4H_6O_3$.

Protocole :

Dans un ballon bicol, muni d'une agitation mécanique, d'un réfrigérant à reflux et d'une ampoule de coulée, introduire 10,0 g de *paraaminophénol*.

Sous vive agitation, introduire rapidement 30 mL d'eau puis peu à peu plus lentement 12,0 mL d'anhydride acétique (masse volumique 1,082 g/mol). Porter l'ensemble à reflux pendant 20 minutes.

Refroidir puis transvaser dans un bécher.

Refroidir dans un bain de glace : le paracétamol précipite.

Filtrer sous vide et laver à l'eau glacée.

Essorer et sécher sur papier filtre.

Placer le produit brut humide obtenu à l'étuve à 80°C : on obtient alors un produit brut sec P de masse $m_P = 10,8g$.

Problématique : Quel est le rendement de synthèse du paracétamol ?

Données : masse molaire en $g.mol^{-1}$:

$M(\text{paracétamol}) = 151$, $M(\text{anhydride acétique}) = 102$ ' $M(\text{paraaminophénol}) = 109$

Masse volumique de l'anhydride acétique : 1,082 g/mL