

Chapitre 7

Synthèse organique

7.1	Préparation et mise en oeuvre d'une synthèse	50
7.1.1	Stratégie de synthèse	50
7.1.2	Protocole expérimental	50
7.1.3	Conditions expérimentales	50
7.1.4	Chauffage à reflux	51
7.2	Extraction (ou isolement) d'une espèce chimique	51
7.2.1	Extraction d'un liquide	51
7.2.2	Extraction d'un solide	52
7.2.3	Extraction d'un soluté	52
7.3	Identification des composés	52
7.3.1	Identification de la température de fusion ou d'ébullition	52
7.3.2	Chromatographie sur couche mince : CCM	53
7.3.3	Spectroscopie IR et RMN	53
7.4	Purification d'une espèce chimique	54
7.5	Rendement d'une synthèse	54

LE chapitre 6 a introduit le domaine de la chimie organique en précisant la structure des composés organiques. Les chapitres 17, 2, 3, 8 ont offert une compréhension de ce que constitue une transformation chimique et comment celle-ci évolue au cours du temps.

On s'intéresse ici à la synthèse organique, vaste domaine de la chimie qui consiste à expliquer dans le détail comment on peut synthétiser (donc fabriquer en laboratoire) une molécule en partant d'une ou plusieurs autres, par l'intermédiaire d'une ou plusieurs réactions chimiques. Il y a quatre étapes fondamentales au cours d'une synthèse organique qui seront décrites dans ce chapitre : la **transformation chimique**, l'**extraction**, l'**identification** et la **purification** de l'espèce.

7.1 Préparation et mise en oeuvre d'une synthèse

Lorsqu'on réalise une synthèse, il s'agit évidemment d'une pratique expérimentale. Il faut alors définir un **protocole expérimental**, qui tient compte des connaissances que l'on a sur la nature de la réaction chimique mise en oeuvre, ainsi que des **conditions expérimentales** telles que le solvant ou la température qui peuvent avoir une influence sur la vitesse ou la réussite même de la transformation chimique.

7.1.1 Stratégie de synthèse

Avant de se lancer dans la synthèse d'un composé organique, il convient d'étudier toutes les voies possibles qui peuvent conduire à la formation de l'espèce cherchée. Il faut connaître la nature de tous les réactifs disponibles, mais aussi de celle des éventuels produits intermédiaires formés. Les choix effectués doivent permettre de trouver le meilleur compromis entre le coût de production, le respect des normes de sécurité et environnementales, et l'optimisation du rendement de la synthèse.

7.1.2 Protocole expérimental

Le **protocole expérimental** est un descriptif détaillé de l'ensemble des étapes à suivre pour mener à bien la synthèse de l'espèce chimique recherchée. Il tient compte du matériel à utiliser (verrerie etc.), de l'ordre dans lequel les étapes doivent être faites, des normes de sécurité à respecter en fonction des pictogrammes de danger relatifs aux produits chimiques utilisés, ainsi que des durées des étapes (par exemple le temps de chauffage lorsque l'on doit chauffer le mélange réactionnel).

7.1.3 Conditions expérimentales

Au cours d'une synthèse, il peut y avoir plusieurs étapes mettant en oeuvre plusieurs transformations chimiques. Il est impératif de choisir astucieusement les **conditions expérimentales** qui vont permettre d'optimiser la synthèse. L'un des enjeux est le temps qu'elle va durer, or il existe des facteurs appelés **facteurs cinétiques** qui peuvent augmenter la vitesse de la réaction chimique (mais pas forcément changer l'état final!).

Ces facteurs cinétiques sont :

- La **température** : Une augmentation de température accélère la réaction chimique.
- L'ajout d'un **catalyseur** : espèce chimique qui n'intervient pas dans l'équation bilan de la réaction mais qui augmente la vitesse de la transformation.
- La **concentration** des réactifs : plus la concentration initiale est élevée, plus la vitesse de réaction est grande.

Un autre paramètre primordial est le choix du solvant. On sait d'après le chapitre 5 que la cohésion et la solubilisation des espèces dépend fortement de la nature du solvant, notamment de sa polarité. Ces facteurs devront être pris en compte au cours des différentes étapes de la synthèse.

7.1.4 Chauffage à reflux

Comme vu dans les paragraphes précédents, l'augmentation de la température du milieu réactionnel permet d'augmenter la vitesse de la réaction chimique. Expérimentalement, le montage utilisé pour chauffer un mélange est le **montage à reflux**. Il permet de chauffer le mélange sans avoir aucune perte de matière. En effet, comme le montre le schéma de la figure 7.1, les éventuelles vapeurs se condensent en passant au niveau du réfrigérant et retombent dans le ballon.

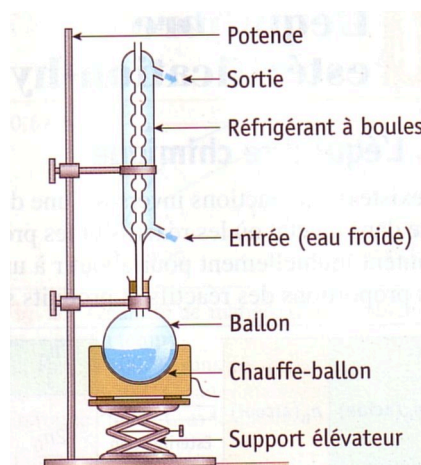


Figure 7.1 – Schéma du montage expérimental d'un chauffage à reflux (image : Bordas TS Chimie, Collection Espace)

7.2 Extraction (ou isolement) d'une espèce chimique

Lorsque la transformation chimique a eu lieu pour former le produit d'intérêt, il n'est souvent pas isolé à l'issue de la réaction. En effet, le produit formé est en général pris dans un solvant qui peut contenir d'autres espèces, soit des réactifs en excès ou bien d'autres produits formés ainsi que des espèces spectatrices. Il faut pouvoir **extraire** l'espèce chimique qui nous intéresse du mélange réactionnel. Plusieurs méthodes existent selon que l'espèce à isoler soit à l'état solide, liquide ou dissout.

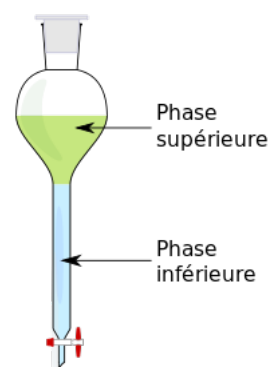
7.2.1 Extraction d'un liquide

Décantation

Lorsque l'espèce chimique à extraire est un liquide non miscible avec le reste du mélange réactionnel, on utilise :

Décantation

La figure ci-contre montre le schéma d'une ampoule à décanter dans laquelle les deux phases se séparent.

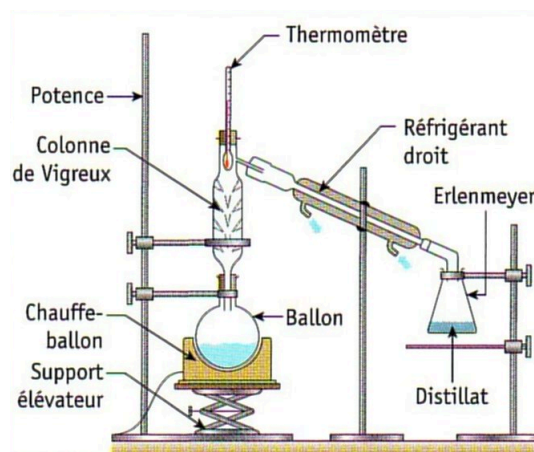


Distillation

Lorsque l'espèce chimique à extraire est un liquide miscible avec le reste du mélange réactionnel, on utilise :

Distillation

La figure ci-contre montre le schéma d'une distillation fractionnée. Le principe repose sur la différence de température d'ébullition de l'espèce d'intérêt et du reste du mélange réactionnel.



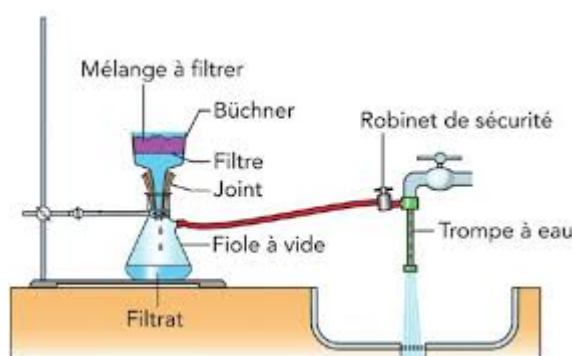
7.2.2 Extraction d'un solide

Filtration sur Büchner

Lorsque l'espèce chimique à extraire est un solide on peut le séparer du reste de la solution grâce à la technique suivante :

Filtration sur Büchner

La figure ci-contre montre le schéma d'une filtration sur Büchner. La particularité de ce montage est l'appel d'air créé par le robinet qui améliore l'efficacité de la filtration.



7.2.3 Extraction d'un soluté

Si l'espèce que l'on souhaite extraire est un soluté dissout dans le milieu réactionnel, il faut jouer sur les paramètres expérimentaux de la solution pour pouvoir l'extraire. On peut par exemple le forcer à **crystalliser** sous forme solide en modifiant sa solubilité dans le milieu.

On peut également le faire passer dans une autre phase liquide pour le séparer du reste du mélange. C'est la technique d'extraction par solvant vue dans le chapitre 5.

7.3 Identification des composés

Au cours des différentes étapes de la synthèse, il apparaît vital de pouvoir vérifier que le produit souhaité ait bien été formé au cours de la réaction. Afin de tester sa présence dans le milieu réactionnel, il existe plusieurs méthodes qui reposent sur la mesure de la **température de fusion** ou d'**ébullition** de l'espèce. On peut également caractériser la présence de l'espèce à l'aide d'une **chromatographie sur couche mince (CCM)**, ou encore grâce à des mesures spectroscopiques telles que la spectroscopie infrarouge (voir le chapitre 6) ou la spectroscopie RMN (voir programme de Terminale).

7.3.1 Identification de la température de fusion ou d'ébullition

Les températures de fusion ou d'ébullition d'un composé sont des paramètres intrinsèques qui le caractérisent.

Pour un composé solide, on peut utiliser un **banc de Köfler** pour vérifier la température de fusion du produit formé. Il suffit de déposer quelques grains du solide sur ce banc qui est chauffé de manière graduée sur sa largeur. On pousse les grains le long du banc avec une spatule jusqu'à voir la première

bulle apparaît. On mesure alors la température de fusion du solide.

Pour un composé liquide, on peut retrouver la température d'ébullition au cours d'une distillation.

7.3.2 Chromatographie sur couche mince : CCM

Pour réaliser une CCM, on utilise une plaque, faite d'un matériau ayant une propriété physico-chimique bien particulière (comme par exemple un fort caractère hydrophobe), sur laquelle les molécules ayant une valeur proche de ce paramètre vont pouvoir se fixer.

On plonge ensuite cette plaque dans un liquide appelé **éluant**, qui va monter dans la plaque par capillarité, entraînant avec lui les molécules déposées sur la plaque CCM. Plus les molécules seront attachées à la plaque, moins elles seront entraînées par l'éluant. A l'inverse, plus les molécules auront une faible affinité avec la plaque, plus elles seront entraînées par l'éluant.

Lorsque l'éluant a fini de monter dans la plaque, on va observer des tâches situées à différentes hauteurs, les molécules ayant été ainsi séparées les unes des autres.

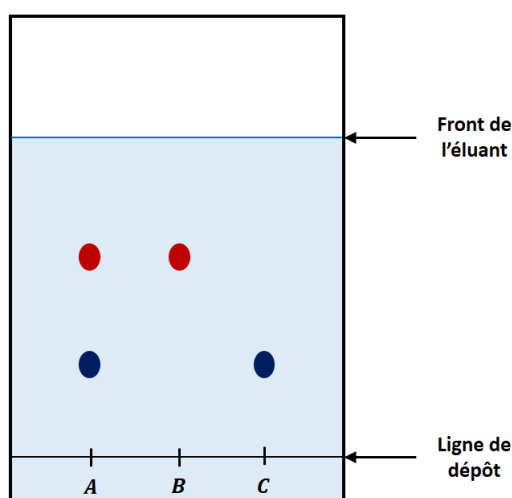


Figure 7.2 – Principe de la CCM. Le dépôt *A* représente le mélange réactionnel et les dépôts *B* et *C* les deux témoins : *B* étant le produit recherché et *C* une impureté (réactif résiduel par exemple). On peut en déduire que notre mélange contient la molécule recherchée, mais il n'est pas pur.

On peut utiliser cette technique pour identifier une molécule, comme le montre l'exemple de la figure 7.2. Pour ce faire, on dépose sur la plaque une goutte *A* de notre mélange réactionnel contenant a priori l'espèce voulue, ainsi que d'autres gouttes *B* et *C* témoins de toutes les espèces pures pouvant apparaître dans notre mélange (le produit voulu plus d'autres impuretés restantes comme des réactifs en excès ou d'autres produits de la transformation). Lorsque l'éluant termine sa montée, on peut comparer les hauteurs des différentes tâches et identifier les molécules de notre mélange grâce aux dépôts témoins.

7.3.3 Spectroscopie IR et RMN

La spectroscopie infrarouge (IR) étudiée au chapitre 6 permet d'identifier la présence de certains groupes caractéristiques d'une molécule. Cela peut nous aider à confirmer la présence du produit d'intérêt de notre synthèse. Cette technique a ses limites car elle ne permet pas forcément de distinguer deux molécules qui auraient les mêmes groupes caractéristiques.

La spectroscopie RMN est une technique qui sera étudiée en terminale et qui offre une connaissance bien plus complète de la structure des molécules présentes dans le milieu réactionnel. En revanche cette technique est très coûteuse, c'est pourquoi on utilise les autres procédés quand ils sont suffisants pour conclure quant à la présence ou non de l'espèce chimique recherchée.

7.4 Purification d'une espèce chimique

Lors des étapes d'extraction et d'identification de l'espèce chimique, on peut s'apercevoir que le produit formé n'est pas pur. C'est-à-dire que le milieu réactionnel ne contient pas uniquement le produit souhaité, mais également d'autres espèces appelées impuretés (réactifs en excès, autres produits de la réaction, solvant etc.). Il est nécessaire d'effectuer une étape de **purification**.

La purification reprend globalement les étapes d'extractions qui sont censées isoler le produit formé, mais on peut ajouter quand c'est nécessaire quelques petites étapes qui nous assurent d'améliorer cet isolement de la molécule.

Pour les liquides miscibles, la distillation permet normalement de séparer correctement notre produit du reste du mélange.

Pour les solides, après filtration, il se peut que le produit récupéré ne soit pas totalement sec. En effet, même après filtration, une partie du solvant peut rester piégée avec le solide, lui donnant un léger aspect de pâte. Pour évacuer ce solvant résiduel, il convient de placer le produit à l'**étuve**, c'est-à-dire un petit four à l'atmosphère sèche dans lequel on va augmenter la température ambiante pour évaporer plus rapidement et plus efficacement le solvant en trop.

7.5 Rendement d'une synthèse

Rendement

Le rendement η d'une synthèse organique est égal au rapport entre la quantité de matière n_f de produit pur obtenu et la quantité de matière de matière n_{max} que l'on aurait obtenu si les transformations étaient toutes totales et qu'il n'y avait aucune perte au cours de la synthèse.

$$\eta = \frac{n_f}{n_{max}}$$

η le rendement (sans unité ou en pourcentage)

n_f la quantité de matière obtenue de produit pur (en mol)

n_{max} la quantité de matière maximale que l'on peut obtenir (en mol)

Remarque : Le rendement est un nombre sans dimension compris entre 0 et 1.