

## I) Les différentes étapes d'une synthèse organique

### I-1 Définition d'une synthèse

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

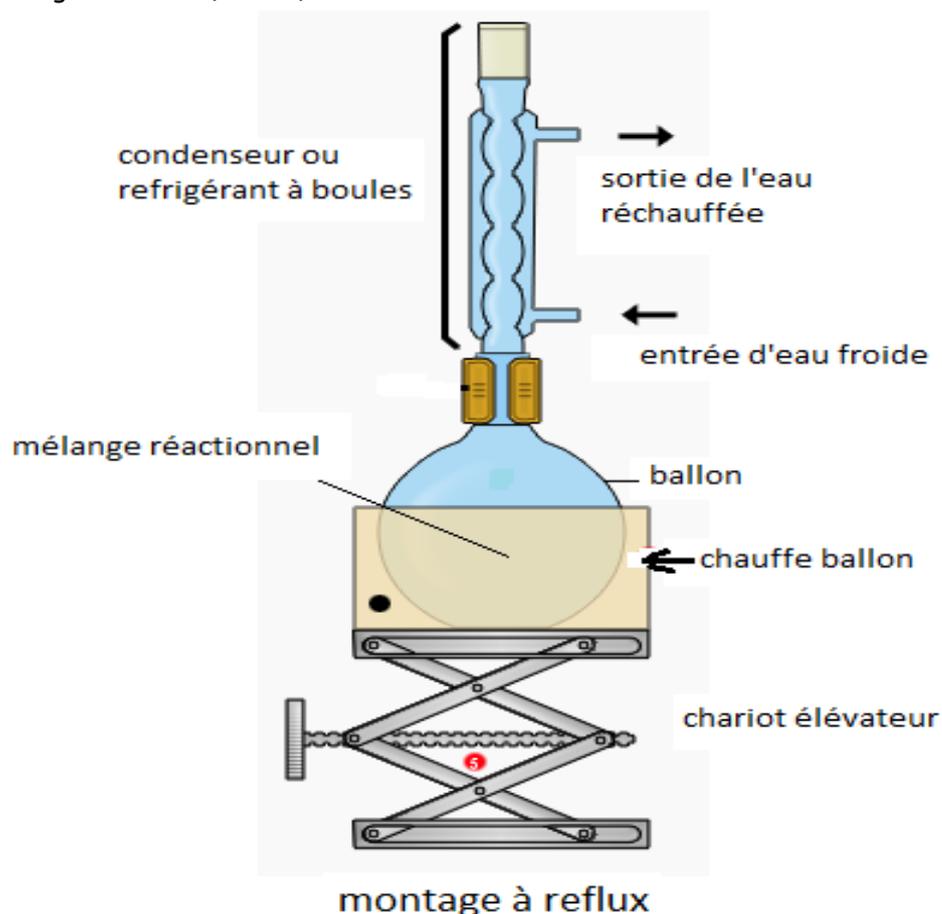
- choisir les réactifs ainsi que leur quantité de matière
- choisir un **solvant** dans lequel les réactifs ont une bonne **solubilité**.
- choisir un **catalyseur** pour **accélérer** la réaction chimique
- choisir la **température**, la **pression**, l'**éclairage**, le **réacteur**, de manière à obtenir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

### I-2 Les différentes étapes de la synthèse

#### Etape 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 ( [vidéo](#) )

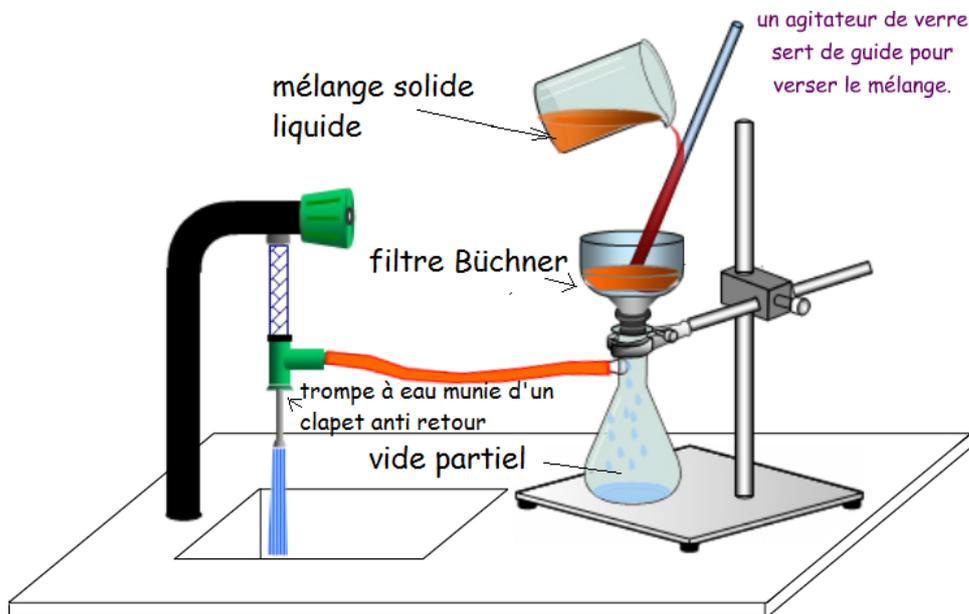


Au cours de l'expérience utilisant un montage à reflux, les vapeurs de réactifs et produits montent dans le condenseur et repasse sous forme liquide. Les vapeurs se condensent et refluent dans le ballon. Intérêt ? **Aucune perte de produits ou réactifs**, le **rendement** de la synthèse est **amélioré**.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

#### Etape 2 : isolement (séparation des réactifs et produits)

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:



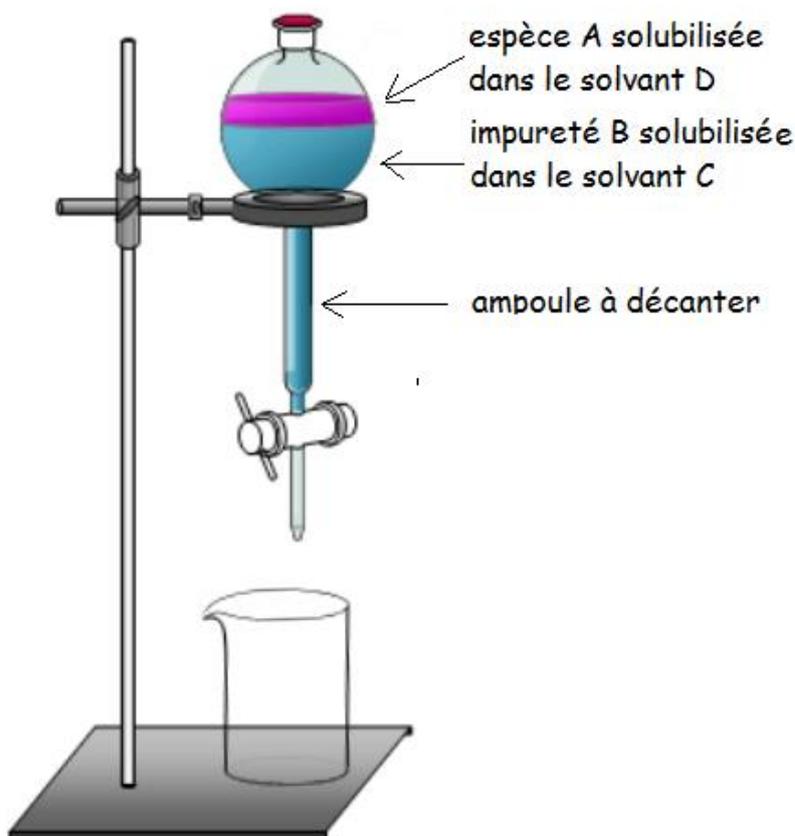
**1) La filtration sous vide vidéo**  
 Cliquez sur [l'animation](#) et observez les différentes étapes d'une filtration sous vide.

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.

## 2) L'extraction liquide-liquide vidéo

Cliquez sur [l'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.



## Etape 3: la purification

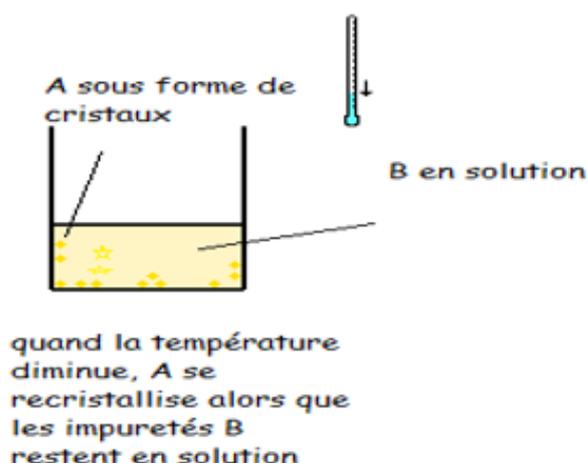
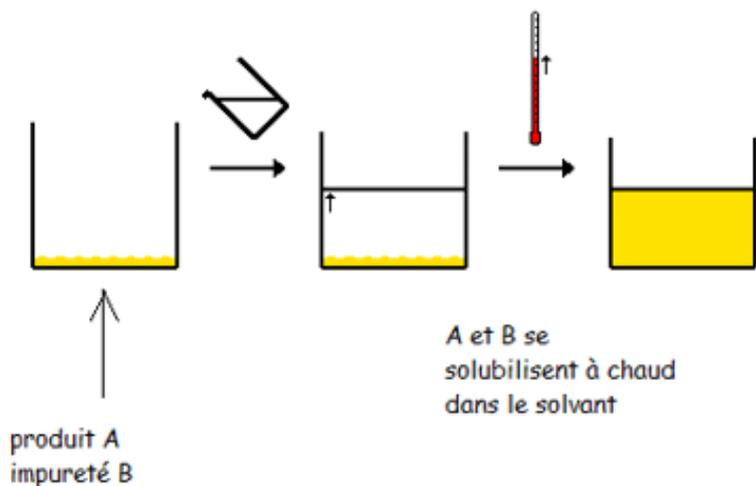
L'opération de **purification** consiste à éliminer les impuretés dans un produit.

Il existe 2 méthodes:

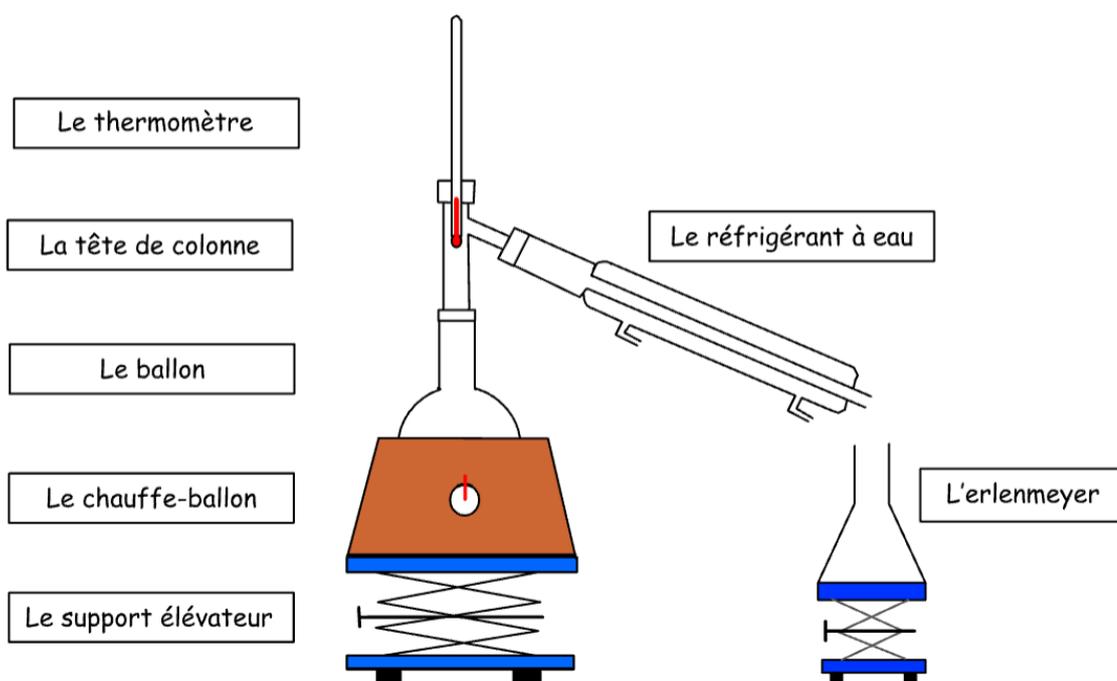
### 1) la recristallisation

[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.



## Principe de l'hydrodistillation



### 2) la distillation

[Vidéo de l'expérience](#)

[Clique sur l'animation.](#)

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.

**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

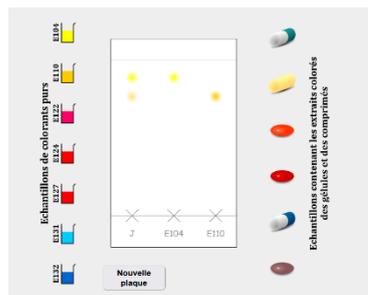
#### Etape 4: les analyses

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 a 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 \_\_\_\_\_.

- pour les liquides, on mesure leur \_\_\_\_\_ n avec un réfractomètre, leur température d'ébullition, ou on effectue une **chromatographie**. clique sur le lien et effectue l'exercice .



- pour les solides et les liquides on effectue un **spectroscopie IR**

## II) Rendement d'une synthèse

### II-1 Définition

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:

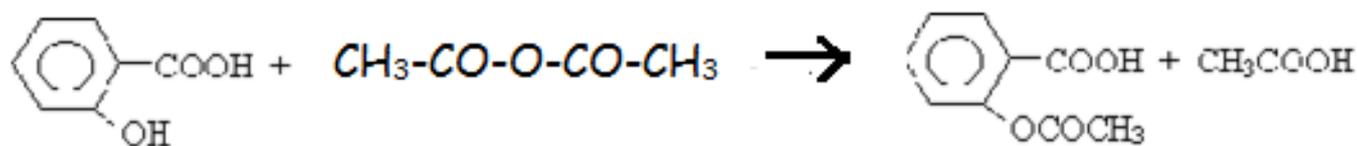
Bien entendu le rendement doit être le plus **grand possible** !

Pour optimiser le rendement d'une réaction il faut :

- mettre un réactif (le moins cher) en excès
- éliminer un des produits au fur et à mesure de la réaction (à démontrer à l'aide de la constante d'équilibre)

### II-2 Synthèse de l'aspirine

**Exercice** : 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  $60^{\circ}\text{C}$  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 p151 ;

B) Synthèses d'espèces chimiques organiques	
Notions et contenus Capacités exigibles	Activités expérimentales support de la formation
Étapes d'un protocole.	<p>Identifier, dans un protocole, les étapes de transformation des réactifs, d'isolement, de purification et d'analyse (identification, pureté) du produit synthétisé.</p> <p>Justifier, à partir des propriétés physico-chimiques des réactifs et produits, le choix de méthodes d'isolement, de purification ou d'analyse</p>
Rendement d'une synthèse.	<p>Déterminer, à partir d'un protocole et de données expérimentales, le rendement d'une synthèse.</p> <p>Schématiser des dispositifs expérimentaux des étapes d'une synthèse et les légender.</p> <p>Mettre en œuvre un montage à reflux pour synthétiser une espèce chimique organique.</p> <p>Isoler, purifier et analyser un produit formé.</p>

.

.