

SYNTHESE DE COMPOSE ORGANIQUE

1- Espèces naturelle et de synthèse

La synthèse d'une espèce chimique consiste à la fabriquer à partir d'autres espèces

On distingue les espèces chimiques naturelles qui sont issues de la nature et les espèces chimiques synthétiques qui sont fabriquées au laboratoire.

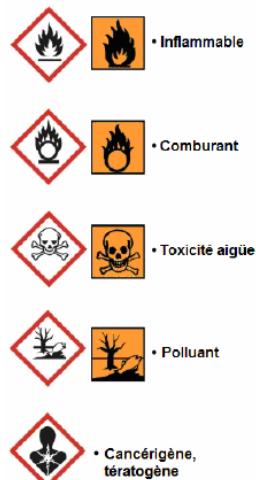
Remarque: Il n'y a aucune différence entre une espèce chimique naturelle et une espèce chimique synthétique.

2- Sécurité et efficacité

Lors de la fabrication d'une molécule organique (synthèse) il faut réfléchir au préalable à de nombreux paramètres afin d'obtenir un produit le plus pur possible avec le meilleur rendement, tout ceci avec le maximum de sécurité et à moindre coût.

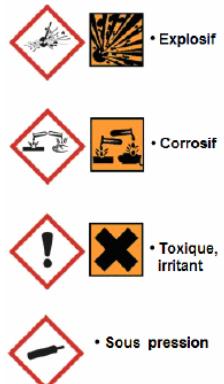
Ainsi, à chaque instant, il faut être attentif:

- A la tenue vestimentaire (gants, lunettes, blouse).
- Aux gestes et déplacements (ne pas courir, pas de gestes brusques, ...).
- Aux pictogrammes des réactifs et à la nature des produits possibles de la synthèse.
- A la sécurité du montage (pression, contrôle de la température, fixations, ...).
- Au traitement des déchets (ne pas jeter n'importe quoi dans l'évier)



Pour optimiser une synthèse il faut penser:

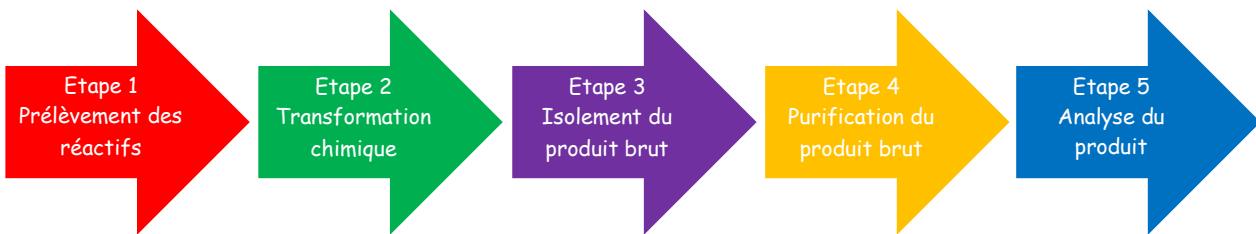
- Au choix des réactifs et leurs quantités.
- Au choix du solvant · au choix d'un éventuel catalyseur.
- Au choix des paramètres expérimentaux (température, pression, durée, agitation).
- Au choix du montage.
- A la sécurité.
- Au coût de la synthèse.
- A l'impact sur l'environnement



3- Synthèse chimique

La synthèse chimique est la fabrication d'une espèce chimique au laboratoire.

La synthèse d'une espèce chimique au laboratoire s'effectue en plusieurs étapes.



Etape 1: Le prélèvement des réactifs

Avant de prélever les réactifs il faut rechercher les pictogrammes de danger et les consignes de sécurité associées.

Les réactifs peuvent se présenter sous plusieurs formes:

- Solides: On pèse alors une masse m avec une balance.
- Liquides: On mesure alors un volume V avec une éprouvette graduée ou une pipette jaugée. Parfois on pourra mesurer une masse.



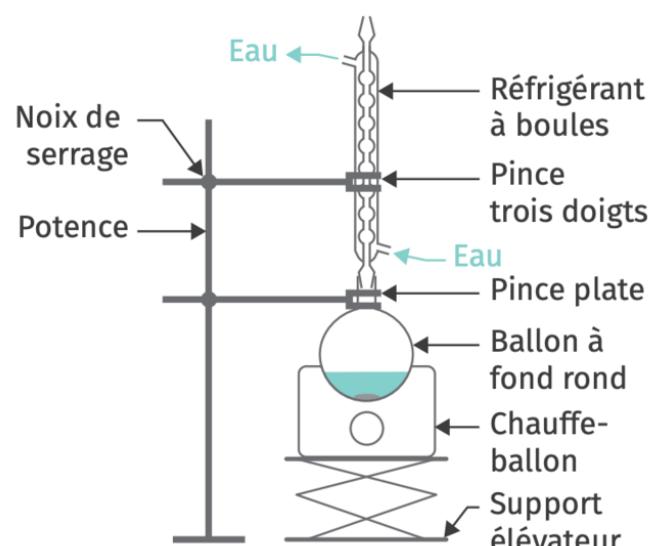
Etape 2: La transformation chimique

Le produit est formé au cours de l'étape de transformation chimique.

Pour réaliser une synthèse, on utilise très souvent un chauffage à reflux.

Le réfrigérant à eau permet de liquéfier les gaz qui s'échappent du ballon: ils retombent alors dans le ballon.

Le montage à reflux permet donc d'éviter les pertes de matière tout en maintenant le chauffage des réactifs et ainsi accélérer la transformation.



Etape 3: L'isolation du produit brut

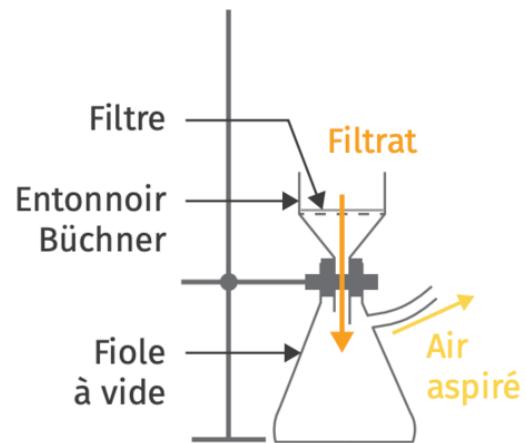
L'isolement permet de séparer l'espèce synthétisé du reste du milieu réactionnel (réactifs n'ayant pas réagi, autre produits de la réaction, solvant, etc.).

Les techniques utilisées dépendront de la nature de la substance synthétisée.

Si le produit est solide, on l'isole en effectuant une filtration sur filtre Büchner sous pression réduite.

Le contenu de l'entonnoir Büchner est aspiré vers la fiole à vide. Le filtre posé dans le fond de l'entonnoir Büchner sépare le solide du liquide.

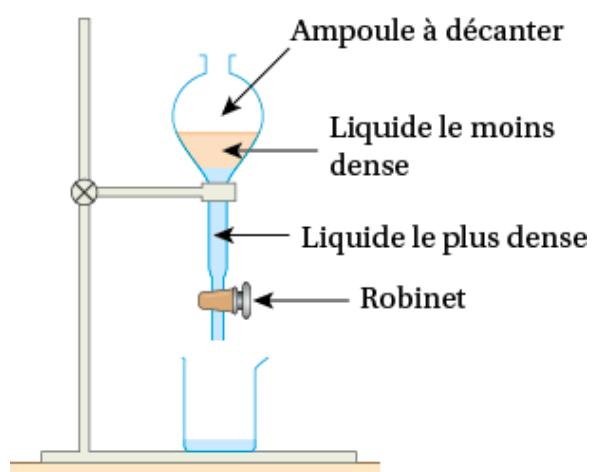
Le solide (résidu de filtration), qui reste dans le haut de l'entonnoir Büchner, est alors récupéré plus efficacement: il est beaucoup plus sec que lors d'une filtration simple.



Si le produit obtenu est liquide, on utilise une technique d'extraction liquide-liquide à l'aide d'une ampoule à décanter.

L'extraction liquide-liquide permet de transférer des espèces présentes dans un solvant vers un autre solvant, non miscible au premier, dans lequel elles sont plus solubles.

Le liquide le moins dense se retrouvera alors au-dessus du plus dense. On pourra ainsi récupérer facilement le produit de synthèse.



Lorsque le produit est très soluble dans la phase organique, on peut améliorer la séparation:

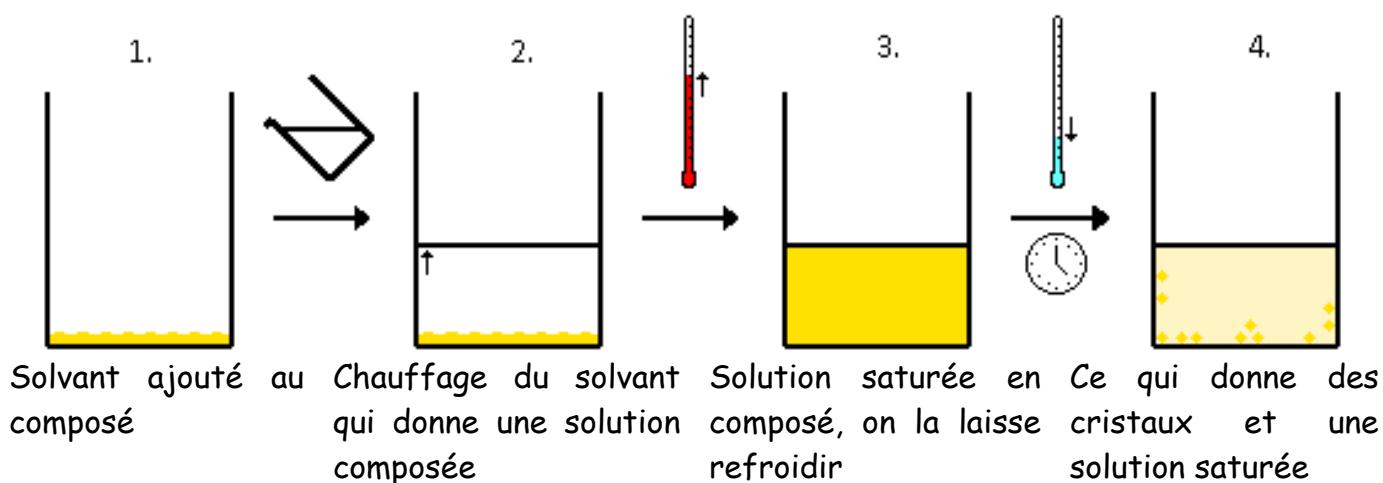
- Par relargage, c'est-à-dire en saturant la solution en sel ce qui fait diminuer la solubilité.
 - Par lavage de la phase organique à l'eau.
 - Par un séchage afin d'éliminer l'eau avec un desséchant chimique.
 - Par l'évaporation du solvant afin de faire augmenter la concentration.

Etape 4: Purification du produit brut

On peut procéder à une recristallisation qui est une méthode de purification qui repose sur la différence de solubilité entre le composé à purifier et ses impuretés dans un solvant donné. La solubilité augmentant généralement avec la température, on dissout habituellement le composé dans le minimum de solvant porté à ébullition.

La recristallisation consiste donc à la mise en solution du solide à purifier dans un solvant ou dans un mélange de plusieurs solvants, généralement à l'ébullition, puis au refroidissement de la solution, ce qui entraîne la cristallisation du solide, isolé ensuite par filtration.

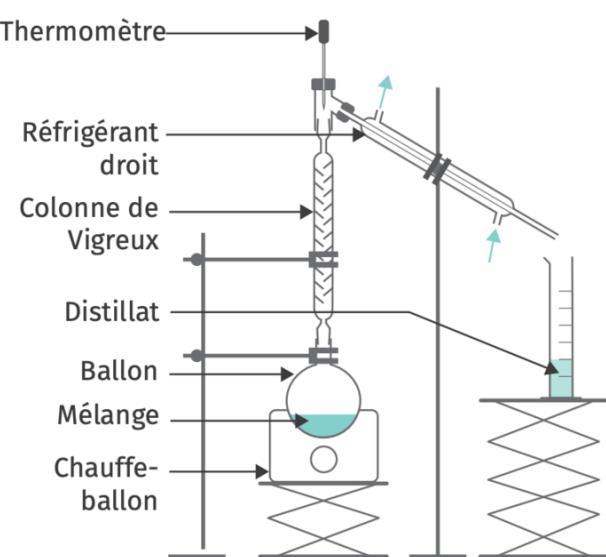
Généralement, on procède suivant les étapes suivantes:



On peut également reconcentrer le soluté jusqu'à précipitation par évaporation du solvant.

On peut réaliser une distillation fractionnée, qui est un procédé de séparation par fractionnement. Son but est de séparer les différents constituants d'un mélange de liquides miscibles, possédant des températures d'ébullition différentes.

Pour cela, elle exploite le même principe que la distillation classique mais se distingue par l'utilisation d'une colonne de séparation, qui permet une meilleure discrimination des constituants du mélange.



La solution liquide est chauffée lentement jusqu'à ébullition. Cette ébullition correspond à la vaporisation du composé le plus volatile.

Comme lors d'une distillation classique, les vapeurs sont condensées pour obtenir un produit A pur, collecté dans un premier récipient. La solution liquide est alors exempte du produit A. On change le récipient de récupération et on augmente la température du mélange liquide afin de recueillir chaque constituant séparément (B, C...).

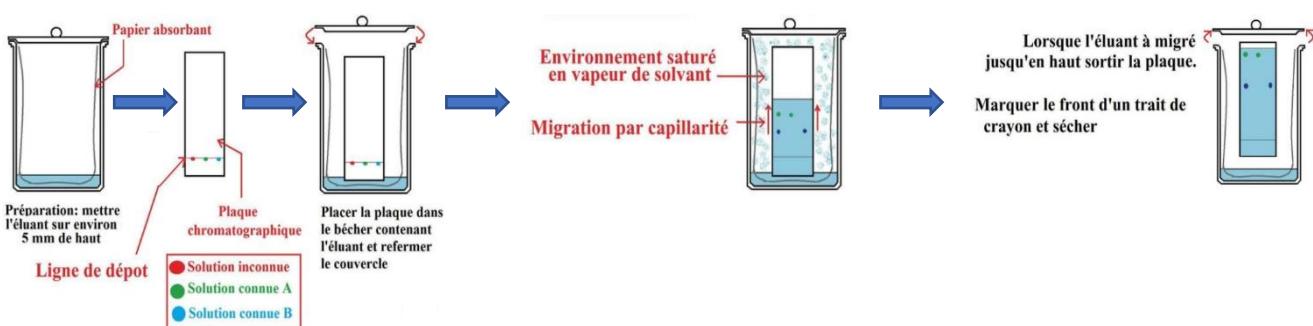
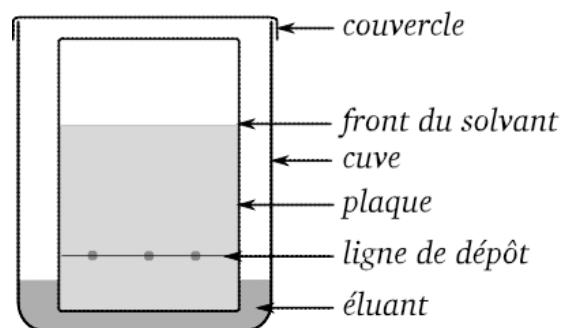
On repère plusieurs paliers de température correspondant à la vaporisation des différents constituants du mélange initial. On a donc autant de paliers de température que de constituants.

Etape 5: Analyse et caractérisation du produit

Pour séparer, identifier et contrôler la pureté du produit obtenu, on utilise une chromatographie sur couche mince (CCM).

La chromatographie sur couche mince est une technique de séparation des composants dans un but d'analyse ou de purification.

Elle comprend une phase stationnaire (usuellement du gel de silice, de l'oxyde d'aluminium ou de la cellulose) et une phase liquide, dite phase mobile ou éluant qui est un solvant ou un mélange de solvants qui va entraîner les composés à se séparer le long de la phase stationnaire.



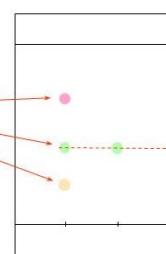
L'éluant va entraîner les espèces déposées sur la ligne de base de la plaque différemment. Les mélanges se séparent en corps purs. Les mêmes espèces migrent à la même hauteur.

Si les composants de l'échantillon sont colorés, il facile de les repérer sur la plaque.

Interprétation du chromatogramme

La solution à identifier est un mélange qui contient au moins trois espèces chimiques différentes :

Une des espèces chimiques est effectivement celle déposée sur le deuxième repère car les deux taches sont à la même hauteur.

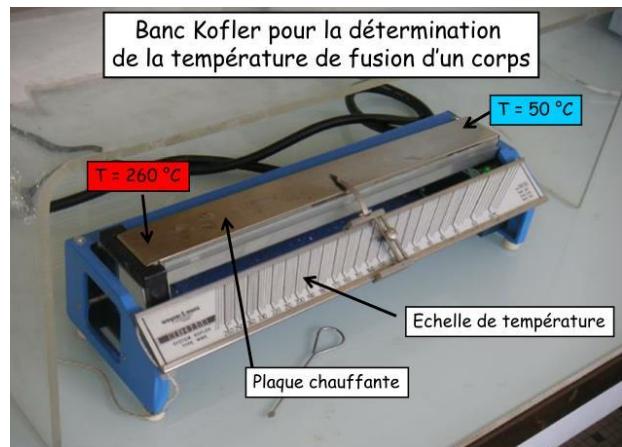


Si les composants de l'échantillon sont invisibles, on les rend visibles par des méthodes usuelles de révélation comme la radiation UV, la fluorescence, l'iode ou l'atomisation.

La méthode par la radiation UV est une méthode de révélation non destructive. Les composants de l'échantillon apparaissent sous forme de taches brillantes. On peut également incorporer un indicateur fluorescent à l'adsorbant. Lors de la révélation au radiation UV, la plaque entière devient fluorescente tandis que les composants de l'échantillon apparaissent sous forme de taches sombre.

Le banc de Kofler est un appareil de mesure permettant d'estimer la température de fusion d'une matière. Il s'agit d'une plaque chauffante présentant un gradient de température, sur laquelle on déplace un échantillon.

Il suffit à obtenir une détermination préliminaire de la température de fusion et ainsi identifier rapidement un composé pur parmi d'autres, vérifier le degré de pureté d'un échantillon connu, constater un mélange ou une addition intempestive ou frauduleuse.



Une petite quantité d'un composé étalon est déposé sur la partie froide de la table chauffante et déplacée vers sa partie chaude jusqu'à observer sa fusion. L'étalon fond à une température précise car il est pur et bien cristallisé. Le curseur de température est alors ajusté pour faire correspondre son index avec la température de l'étalon. Le banc doit être alors essuyé en évitant l'utilisation d'un solvant car son évaporation modifie sensiblement le gradient de température.

La mesure de la température de fusion du composé inconnu est ensuite réalisée comme pour l'étalonnage. Le composé est considéré comme impur quand sa température de fusion est inférieure à celle attendue, ou quand sa fusion s'effectue sur une plage de température et non à une température précise.

La spectroscopie d'infra-rouge permet de déterminer la présence de groupements fonctionnels dans les molécules organiques, et les structures dans certaines molécules simples.



La spectroscopie IR est une méthode d'emploi courant, laissée un peu de côté ces dernières années au profit de la RMN, qui permet de déterminer avec une grande précision les structures moléculaires.

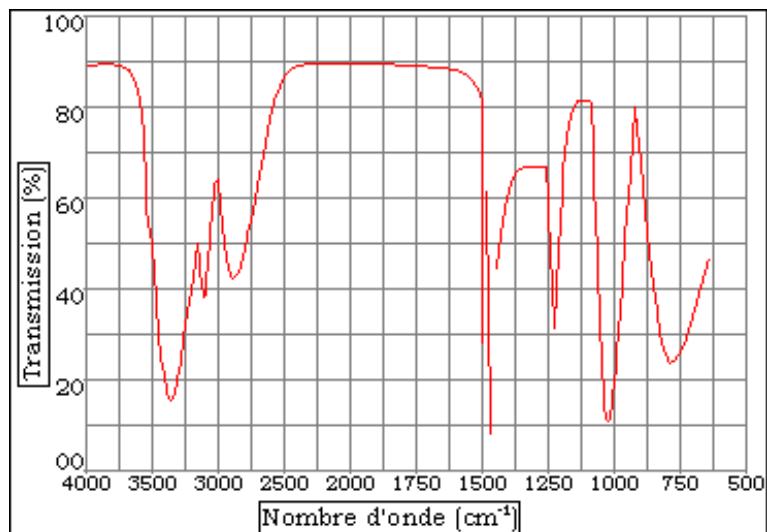
Un spectre IR est représenté sur un graphe qui reporte la transmission en fonction du nombre d'onde, l'inverse de la longueur d'onde.

Dans les molécules, les liaisons vibrent à une fréquence bien déterminée qui dépend des atomes de la liaison mais aussi de l'environnement de la liaison. Pour une fréquence donnée, ces liaisons rentrent en résonance et l'énergie apportée est alors consommée: les molécules absorbent et la transmission diminue.

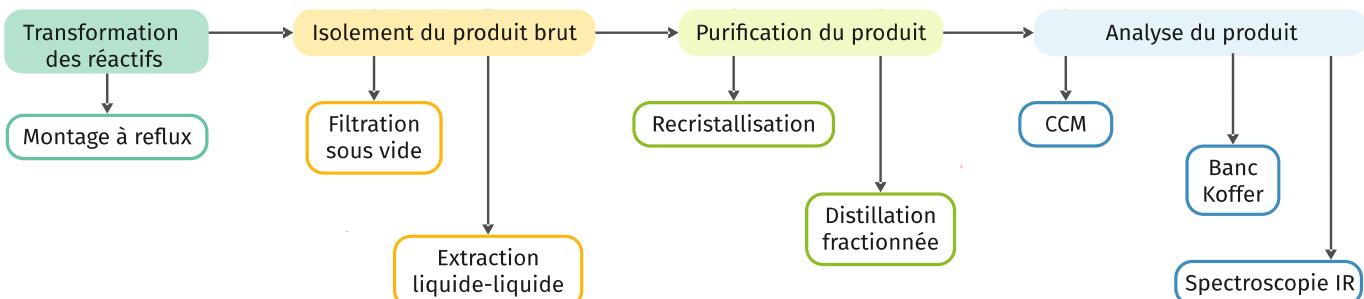
Si on représente sur un graphe l'évolution de la transmission en fonction du nombre d'onde on observe des variations.

Chaque pic d'absorption) est donc caractéristique d'un certain type de liaison.

Ci-contre le spectre de l'éthanol. On constate différentes bandes de transmission minimale (d'absorption maximale) à certains nombres d'onde.



4- Résumé schématique des étapes d'une synthèse chimique



5- Rendement d'une synthèse

Lors d'une synthèse, la quantité de matière expérimentale n_{exp} de l'espèce synthétisée peut être inférieure à la quantité de matière attendue $n_{\text{théo}}$ si la réaction était totale.

On définit alors le rendement ρ de la réaction:

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

ρ : Rendement de la réaction de synthèse (%)

n_{exp} : Quantité de matière expérimentale (mol)

$n_{\text{théo}}$: Quantité de matière attendue (mol)

La valeur du rendement dépend de plusieurs facteurs:

- Il existe des réactions qui ne sont pas totales (estérification par exemple).
- On peut perdre de la matière aux différentes étapes de la réaction (évaporation, à travers les filtres, dans les solvants, ...).
- Il peut exister des réactions parasites lors de la synthèse qui consomment les réactifs ou les produits.