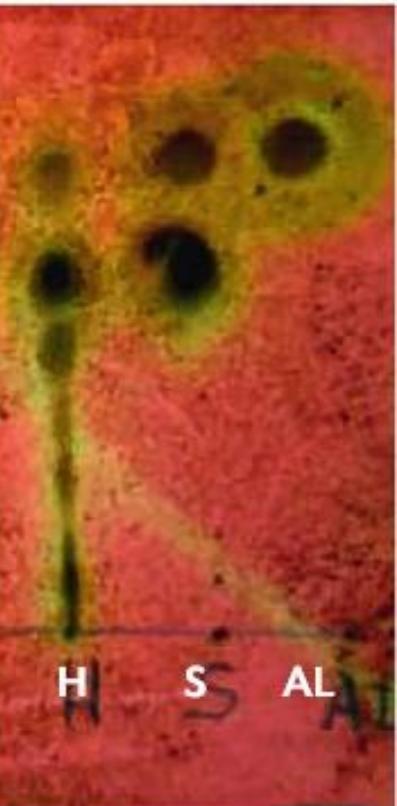
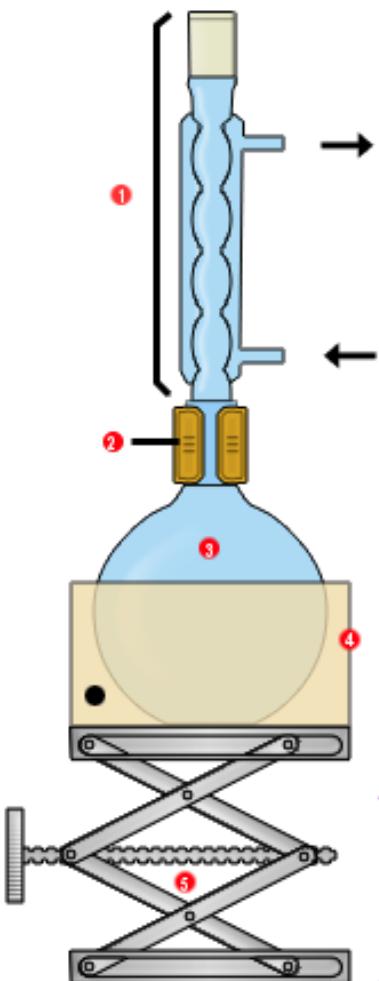
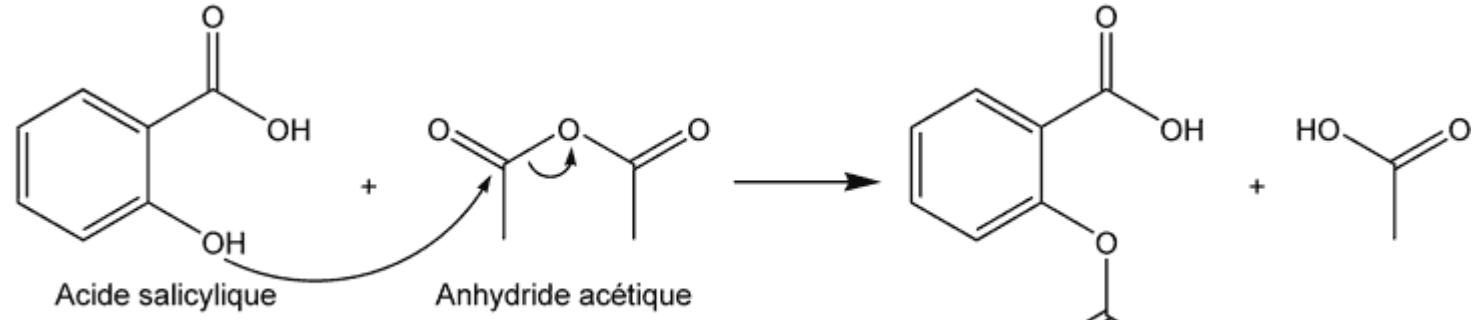


# Chapitre 15

## – Synthèses



Prélèvement  
des réactifs

Transformation  
chimique

Isolement du  
produit brut

Analyse du  
produit brut

# Chapitre 15 – Synthèses

Analyse du  
produit brut

Isolement du  
produit brut

Transformation  
chimique

Prélèvement  
des réactifs

## I – La synthèse chimique

- 1 – Transformation chimique
- 2 – Isolement
- 3 – Purification
- 4 – Analyse

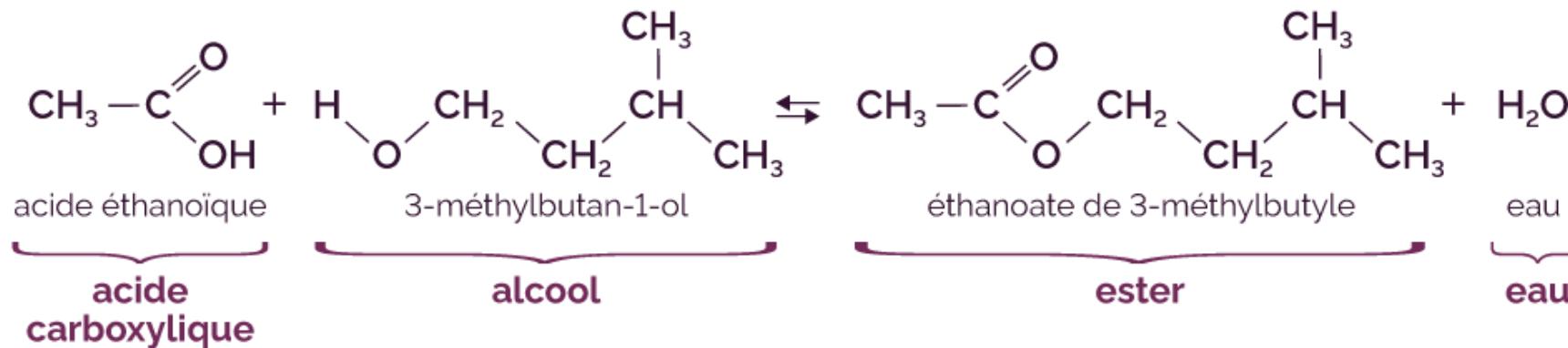
## II – Le rendement

# I – La synthèse chimique

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

La chimie de synthèse permet de reproduire des espèces chimiques naturelles ou d'en créer de nouvelles. Ces espèces sont souvent mieux adaptées, plus performantes et moins chères que celles extraites de la nature.

Lors d'une synthèse il y a une conservation des éléments chimiques



« Rien ne se perd, rien ne se crée : tout se transforme »

Antoine Laurent de **Lavoisier** (1743-1794)



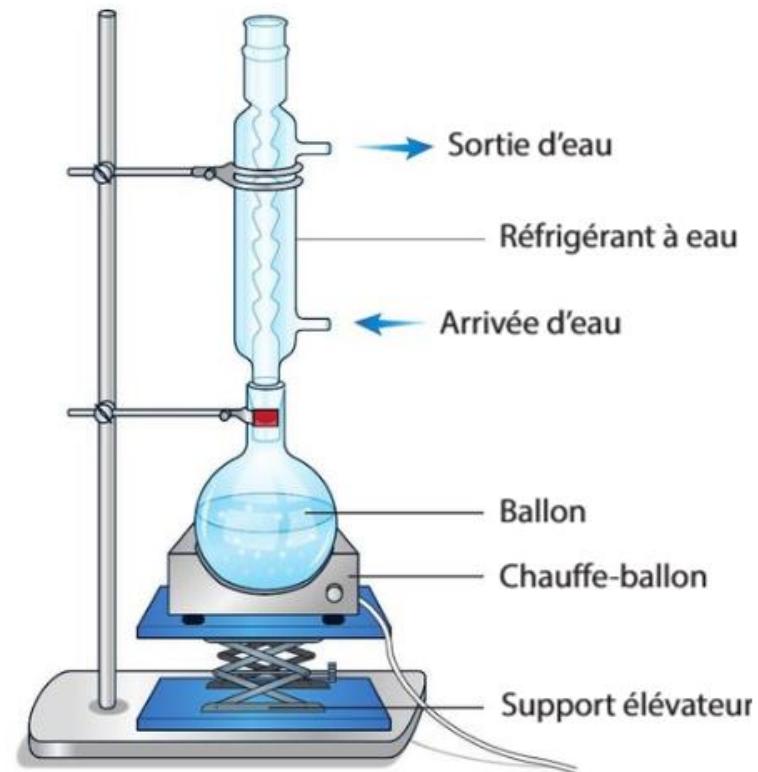
# 1 – Transformation chimique

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

Une augmentation de la température permet, en général, d'accélérer la réaction.



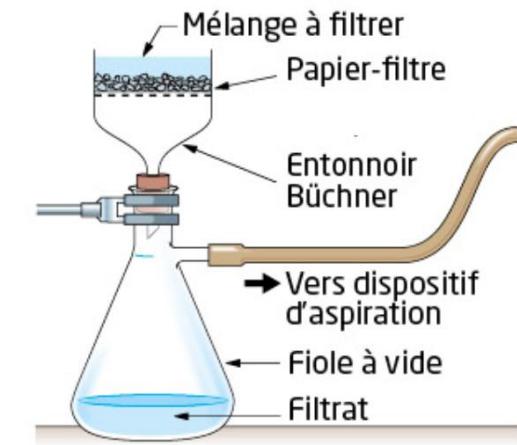
Le montage de **chauffage à reflux** permet de chauffer le milieu réactionnel tout en évitant les pertes de matière par vaporisation grâce au réfrigérant qui liquéfie les vapeurs.



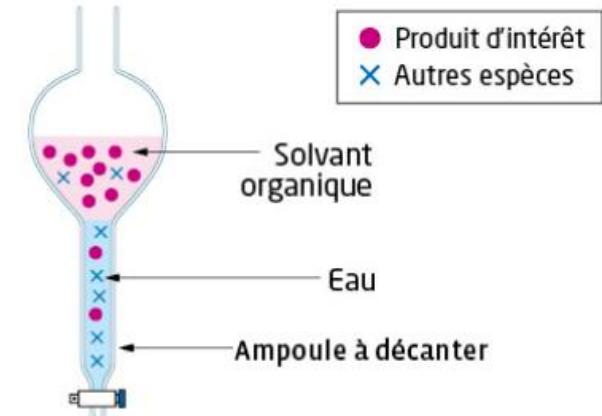
## 2 – Isolement

Après la transformation chimique, le choix de la méthode à mettre en œuvre pour isoler le produit d'intérêt dépend de ses propriétés physico-chimiques :

- Si le produit d'intérêt solide n'est pas soluble dans le mélange, il est isolé par essorage sous pression réduite sur entonnoir Büchner.

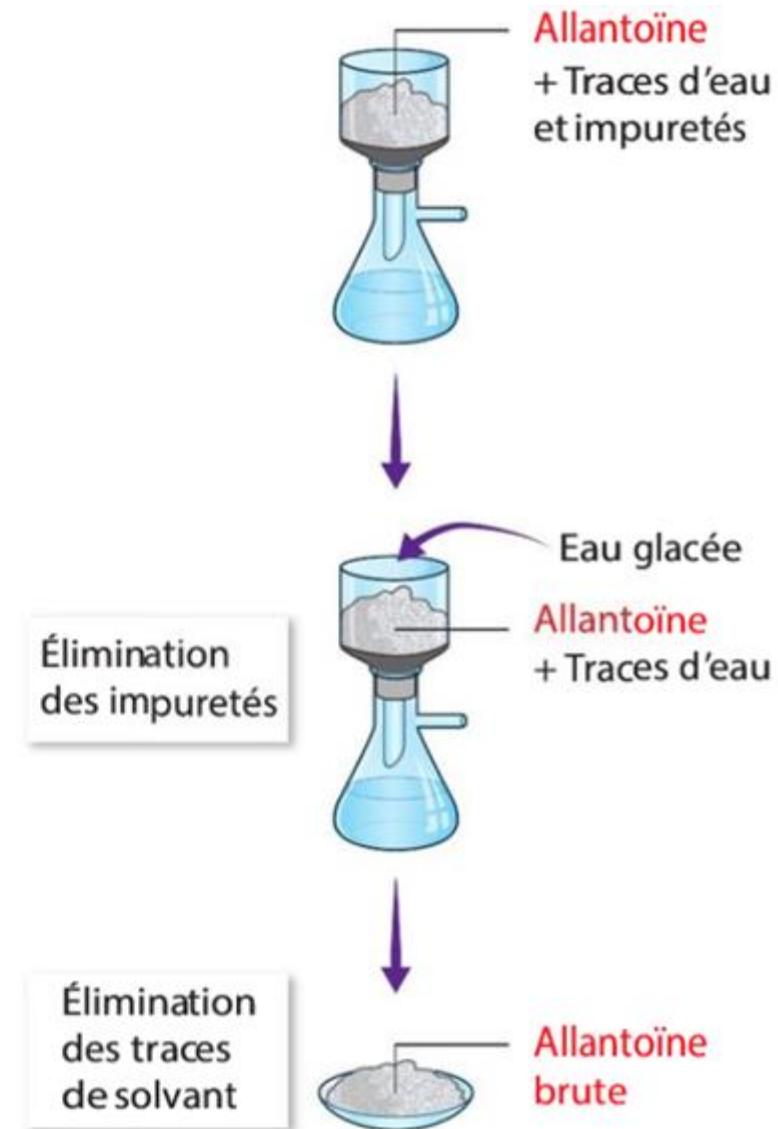
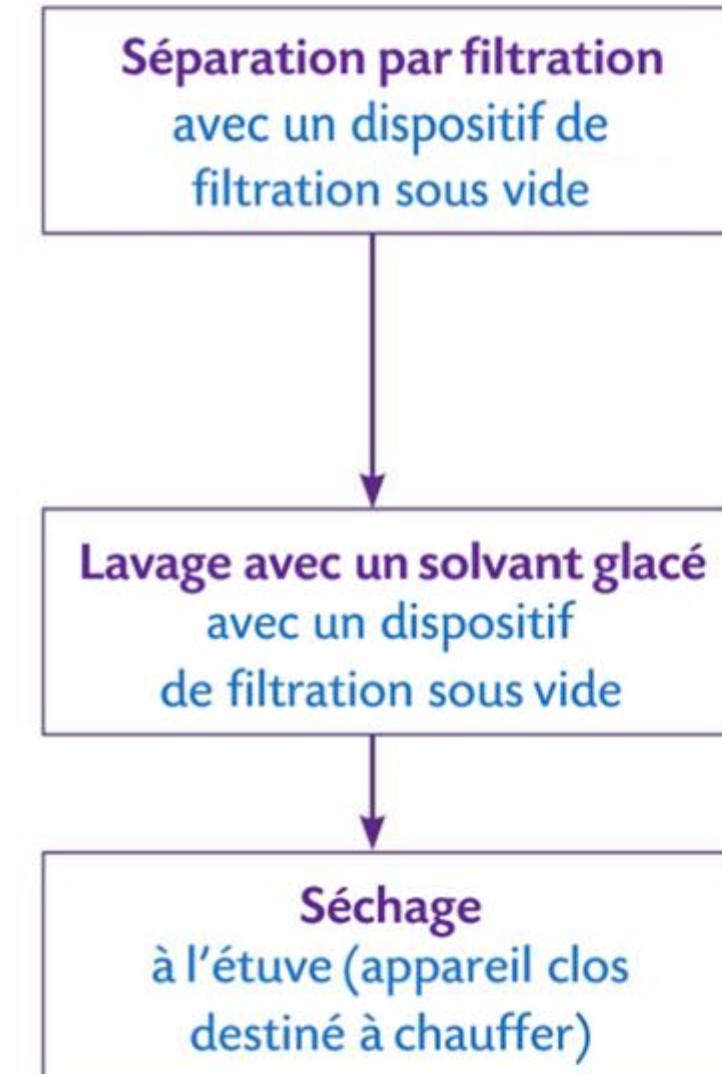


- Si le produit d'intérêt est dissous dans le mélange, une extraction liquide-liquide peut être réalisée.



## A. Isolement d'un produit solide

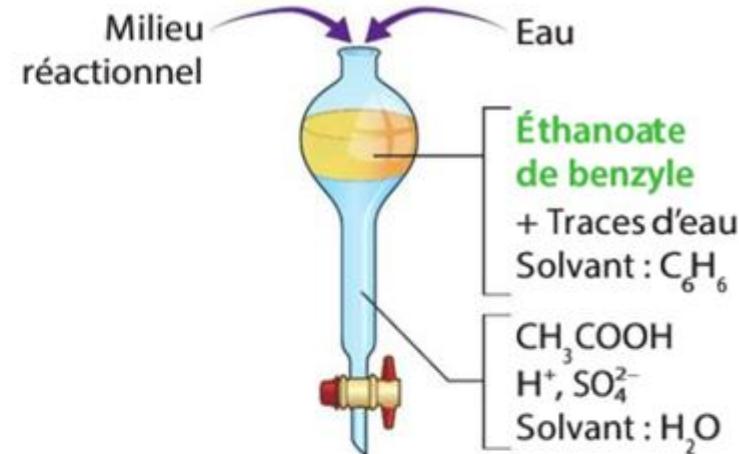
Cas de l'isolation d'un produit solide : l'allantoïne



## B. Isolement d'un produit liquide

Cas de l'isolement d'un produit liquide : l'éthanoate de benzyle

Séparation par extraction liquide-liquide avec une ampoule à décanter



Séchage à l'aide d'un solide anhydre

Élimination des traces d'eau



Élimination du solvant par évaporation

Évaporation du solvant:  $C_6H_6$



# 3 – Purification

Analyse du produit brut

Isolation du produit brut

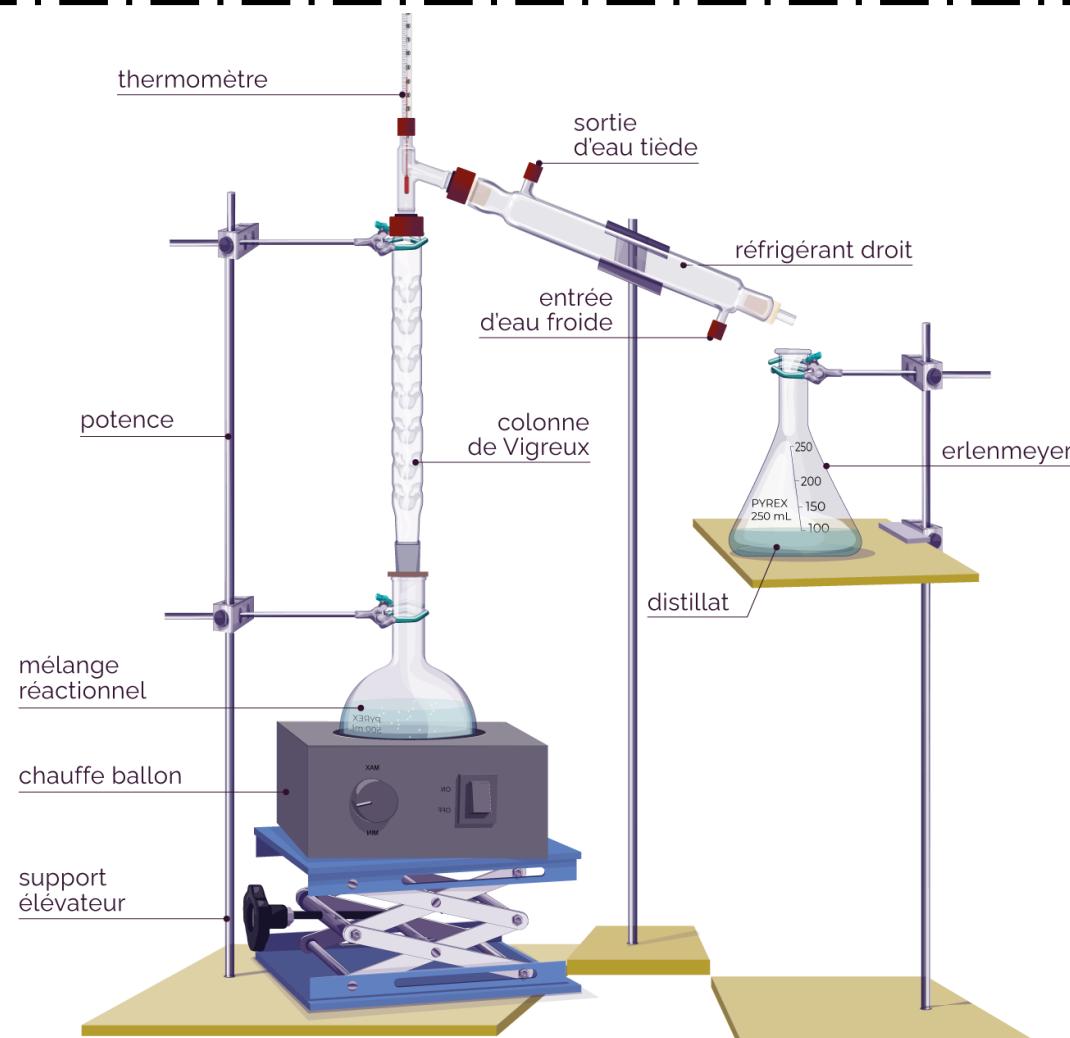
Transformation chimique

Prélèvement des réactifs

Purifier le produit consiste à éliminer les impuretés encore restantes qui peuvent être soit des réactifs restants soit d'autres produits formés.



Une **distillation fractionnée** permet de séparer les constituants d'un mélange de liquides miscibles ayant des températures d'ébullition nettement différentes. Le liquide le plus volatil est le distillat.



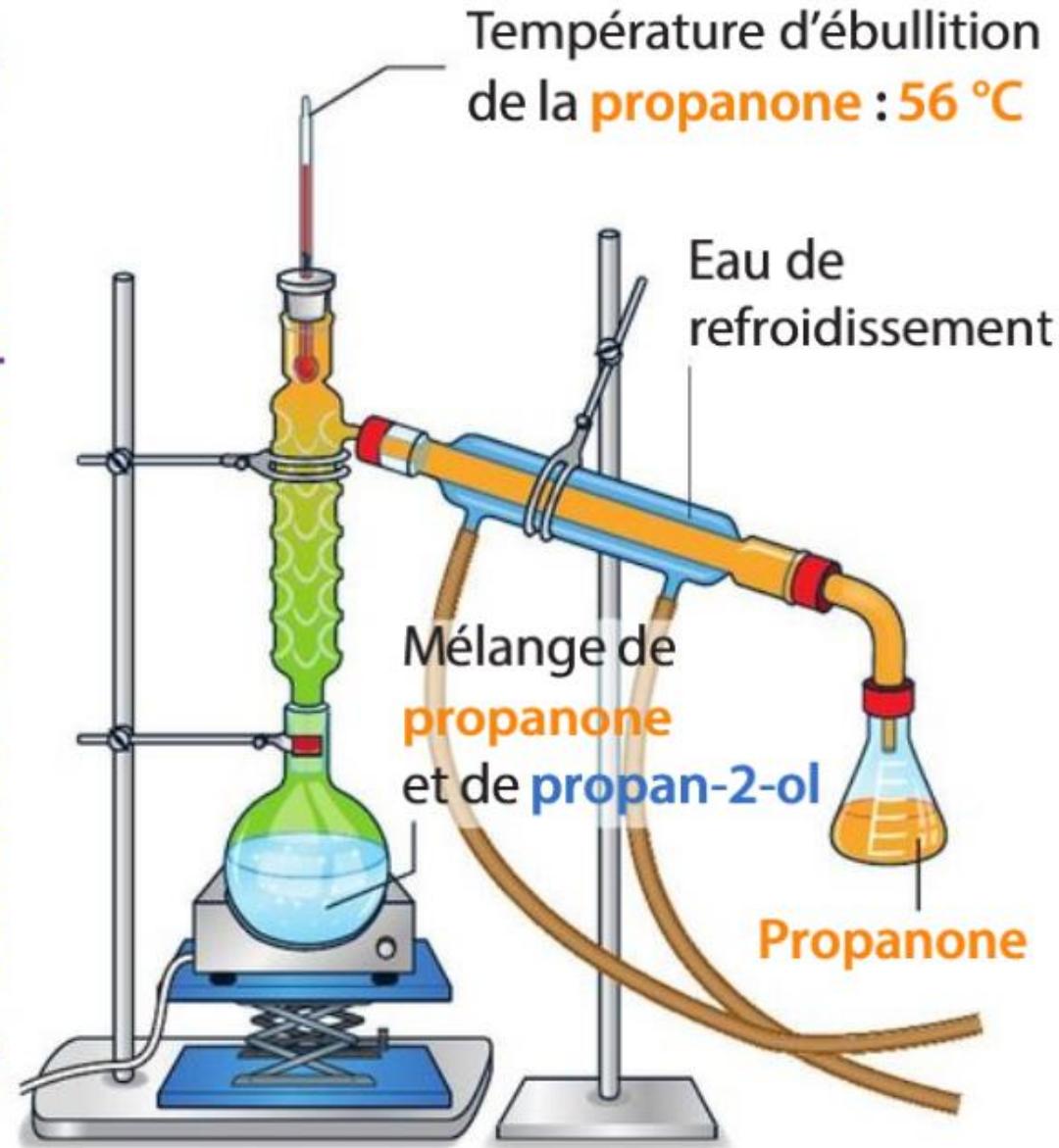
## Cas de la purification du propan-2-ol :

Le propan-2-ol peut être obtenu à partir de la propanone. Si à la fin de la synthèse, il reste encore quelques traces de propanone, on peut les éliminer par distillation.

En s'élevant dans la colonne à distiller (colonne de Vigreux), le mélange s'enrichit en constituant le plus volatil : la propanone ( $T_{\text{éb}} = 56 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

Le liquide dans le ballon s'enrichit en constituant le moins volatil : le propan-2-ol ( $T_{\text{éb}} = 82 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

Sens décroissant de la température ↑



## 4 – Analyse

Lorsque le produit supposé pur est obtenu, il faut vérifier qu'il s'agit bien de l'espèce organique souhaitée et qu'il ne subsiste pas d'impureté.



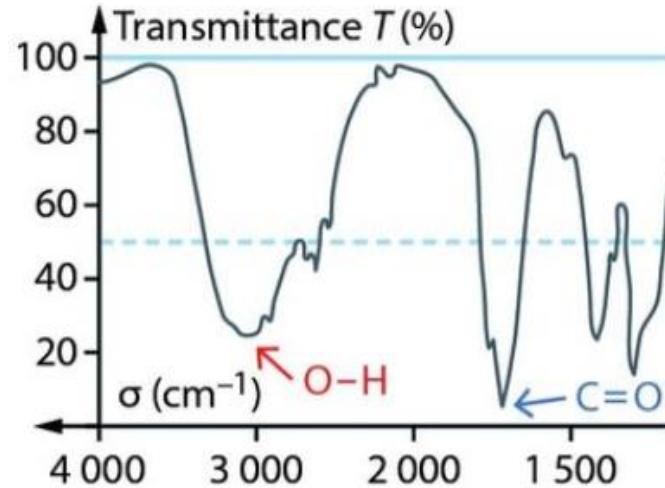
- Pour identifier une espèce chimique, il est possible de mesurer l'une de ses **caractéristiques physiques** (température de fusion, température d'ébullition, indice de réfraction, masse volumique, ...) et de la comparer avec les valeurs répertoriées dans des tables de données.
- Les méthodes **chromatographiques** et **spectroscopiques** sont adaptées à l'analyse des espèces chimiques solides et liquides.

## Exemples d'analyse :

Pour un solide, on peut mesurer sa **température de fusion**.

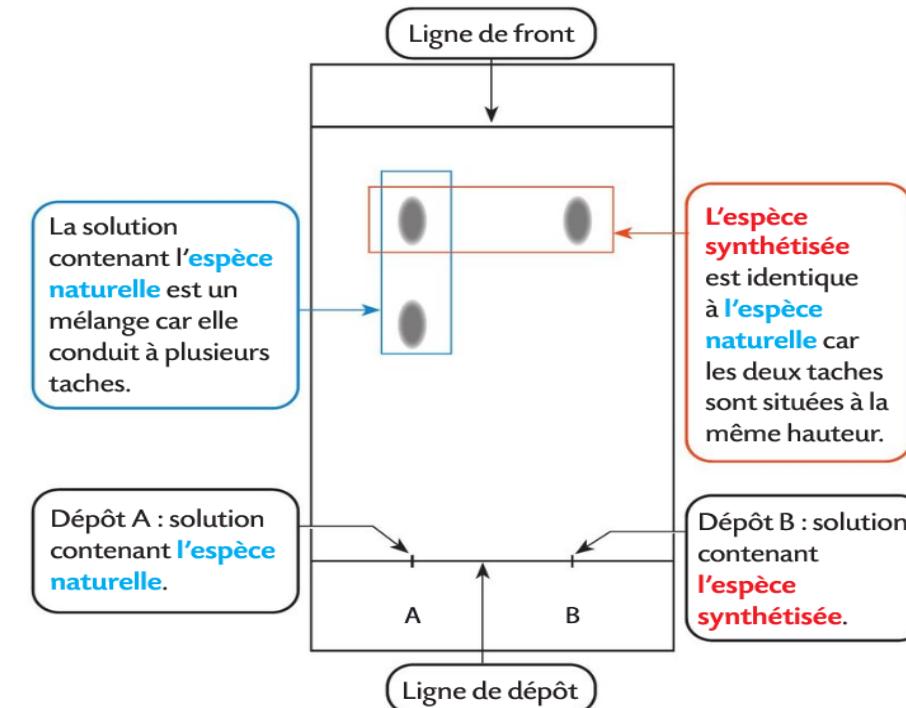


> Le banc Köfler permet de mesurer la température de fusion d'un solide.



On peut effectuer une **spectroscopie Infrarouge** pour identifier les espèces chimiques présentent.

La **chromatographie sur couche mince (CCM)** permet la séparation et l'identification des espèces chimiques présentes dans un mélange. Pour un éluant donné, une espèce chimique migre de la même façon, qu'elle soit pure ou impure.



## II – Le rendement



| Le **rendement**  $\eta$  de la synthèse est le quotient de la quantité  $n_p$  de produit P effectivement obtenu par la quantité maximale  $n_{max}$  attendue.  
| Il peut s'exprimer en pourcent.

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

| *n* est une quantité de matière (en mol) et  $\eta$  le rendement (sans unité).

Plusieurs raisons peuvent expliquer un rendement faible :

- La totalité du réactif limitant n'a pas été consommée ;
- Le refroidissement n'a pas permis à tout le solide de précipiter ;
- Des pertes de produit ont eu lieu lors des manipulations ;
- La réaction n'est pas totale, etc.

## Exemple : Synthèse de l'indigo.

L'indigo, noté I, de masse molaire  $M_I = 262 \text{ g.mol}^{-1}$ , est une espèce issue de l'indigotier. Il est utilisé comme colorant pour les teintures. Il peut être synthétisé à partir de 2-nitrobenzaldéhyde **A** et de propanone **B**, selon la réaction d'équation :

$$2 \text{ A} + 2 \text{ B} + 2 \text{ OH}^- \rightarrow \text{I} + 2 \text{ CH}_3\text{CO}_2^- + 4 \text{ H}_2\text{O}$$

Protocole : dissoudre un échantillon de A de masse  $m_A = 500 \text{ mg}$  (3,30 mmol) dans un échantillon de B de volume  $V_B = 20,0 \text{ mL}$  (270 mmol) et d'eau de volume  $V_{\text{eau}} = 17 \text{ mL}$ .

Ajouter 2,5 mL de solution d'hydroxyde de sodium ( $\text{Na}^+(\text{aq})$ ,  $\text{HO}^-(\text{aq})$ ) de concentration en quantité de 2,00 mol.L<sup>-1</sup> (soit 5,00 mmol d'ion  $\text{HO}^-$ ). Un produit solide de couleur bleue est obtenu en suspension dans le solvant.

**La synthèse de l'indigo permet d'obtenir une masse  $m_{\text{exp}} = 375 \text{ mg}$ . Calculer le rendement de la synthèse réalisée ?**

*Un tableau d'avancement permet de déterminer la quantité de produit I dans l'état final en supposant la réaction unique et la transformation totale :*

Equation		2 A	+	2 B	+	2 OH <sup>-</sup>	→	I	+	2 CH <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	+	4 H <sub>2</sub> O
Etat	Avancement	Quantité de matière										
Initial	$x = 0$	3,30		270		5,0		0		0		-
Final	$x = x_{\text{max}}$	$3,30 - 2x_{\text{max}}$		$270 - 2x_{\text{max}}$		$5,0 - 2x_{\text{max}}$		$x_{\text{max}}$		$2x_{\text{max}}$		-

$$\frac{n_{A,i}}{2} = 1,65 \text{ mmol} ;$$

$$\frac{n_{B,i}}{2} = 135 \text{ mmol} ;$$

$$\frac{n_{OH^-,i}}{2} = 2,50 \text{ mmol} ;$$

Le réactif A a la plus petite valeur, donc A est le réactif limitant et  $x_{max} = 1,65 \text{ mmol}$ .

A étant le réactif limitant :  $3,30 - 2x_{max} = 0$ , donc  $x_{max} = \frac{3,30}{2} = 1,65 \text{ mmol}$ .

Le rendement est  $\eta = \frac{m_{exp}}{m_{max}} = \frac{0,375}{0,432} = 0,87$  soit 87 %