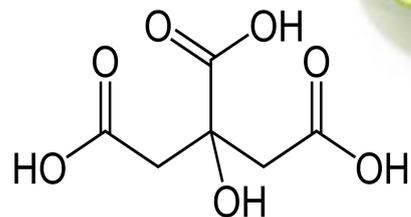


Comment synthétiser  
ces arômes en  
laboratoire?





## Chapitre 19 Synthèses



## Chapitre 19

# Synthèses



1

Transformation chimique

2

Isolement

3

Purification

4

Analyse



Quelle stratégie?



Quels réactifs?

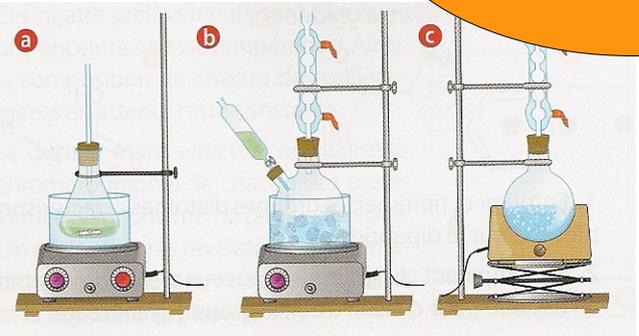
Réactifs → Produits

Quel solvant?

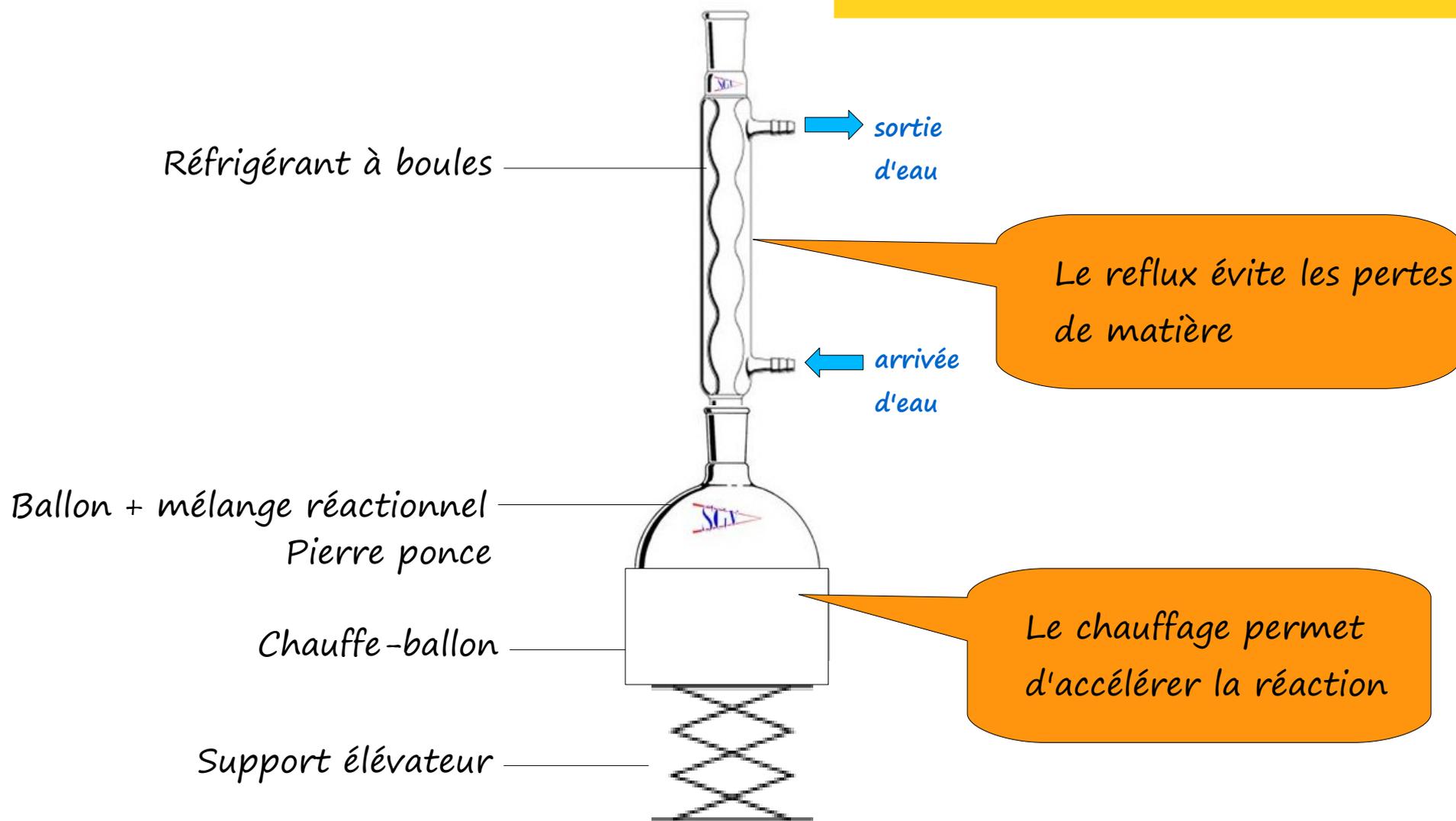


Quel montage?

Quel catalyseur?



# Montage de chauffage à reflux



Vidéo Chauffage à reflux



## Chapitre 19

# Synthèses



1

Transformation chimique

2

Isolement

3

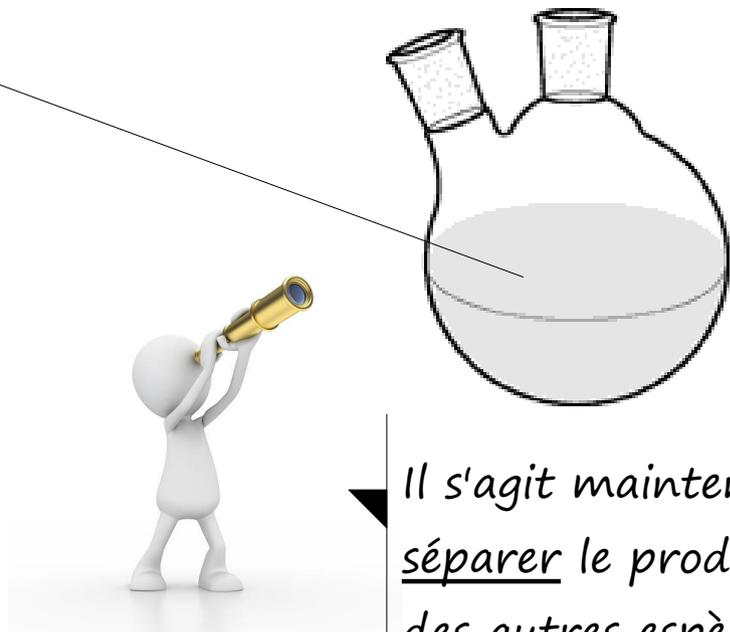
Purification

4

Analyse

◆ ■ ▲ Réactifs en excès  
 ● ● Autres produits  
 + Solvant  
 ○ Catalyseur  
 ◆ ◆ Produits de réactions parasites  
 ● **Produit d'intérêt**

Pourquoi et comment ?



Il s'agit maintenant de séparer le produit d'intérêt des autres espèces contenues dans le mélange réactionnel final.

Si Solide

Si solubilisé ou liquide

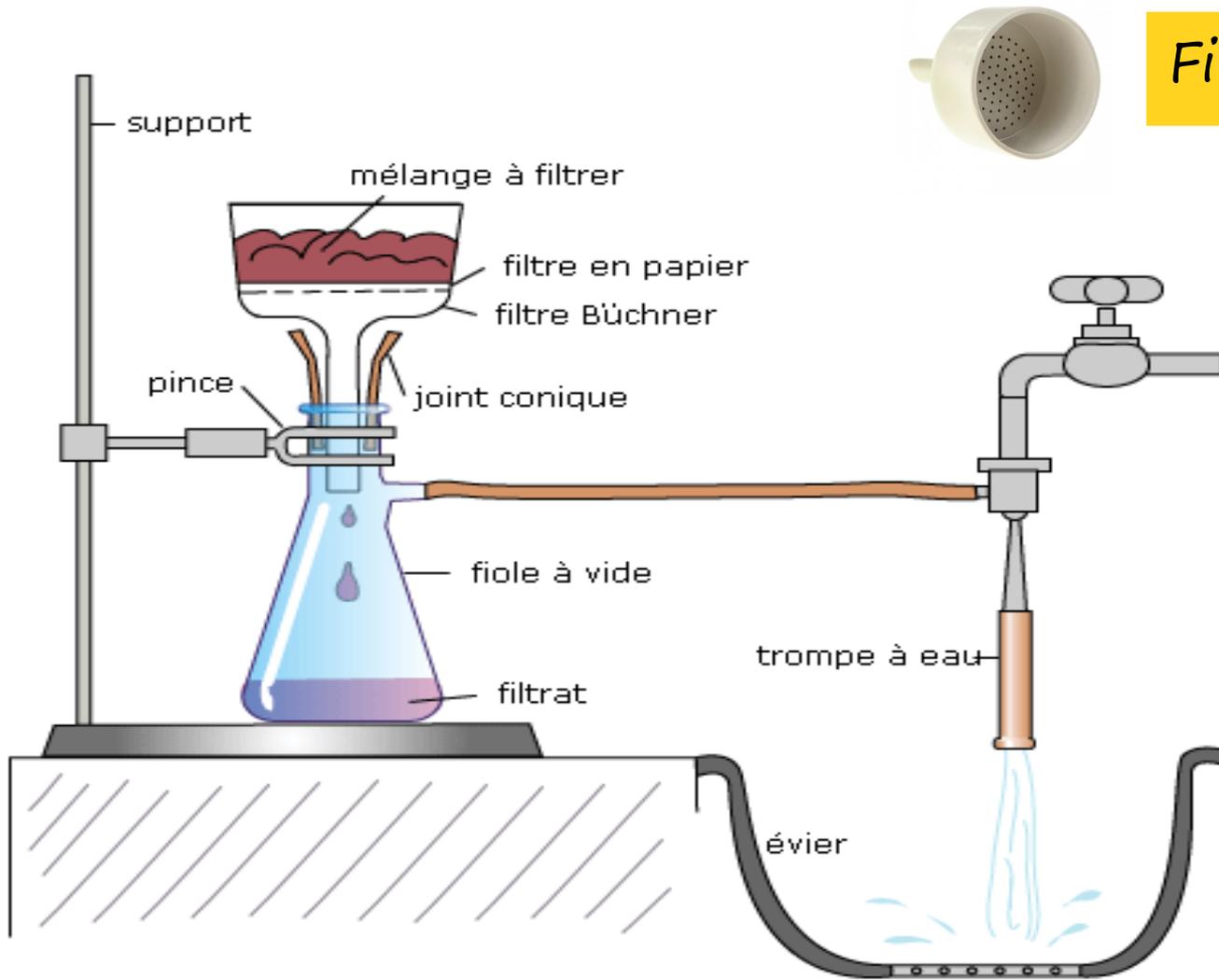
Filtration sous vide

Extraction liquide / liquide

On obtient le **Produit brut**



# Filtration sous vide



Puis séchage en étuve

Filtration plus rapide  
et efficace

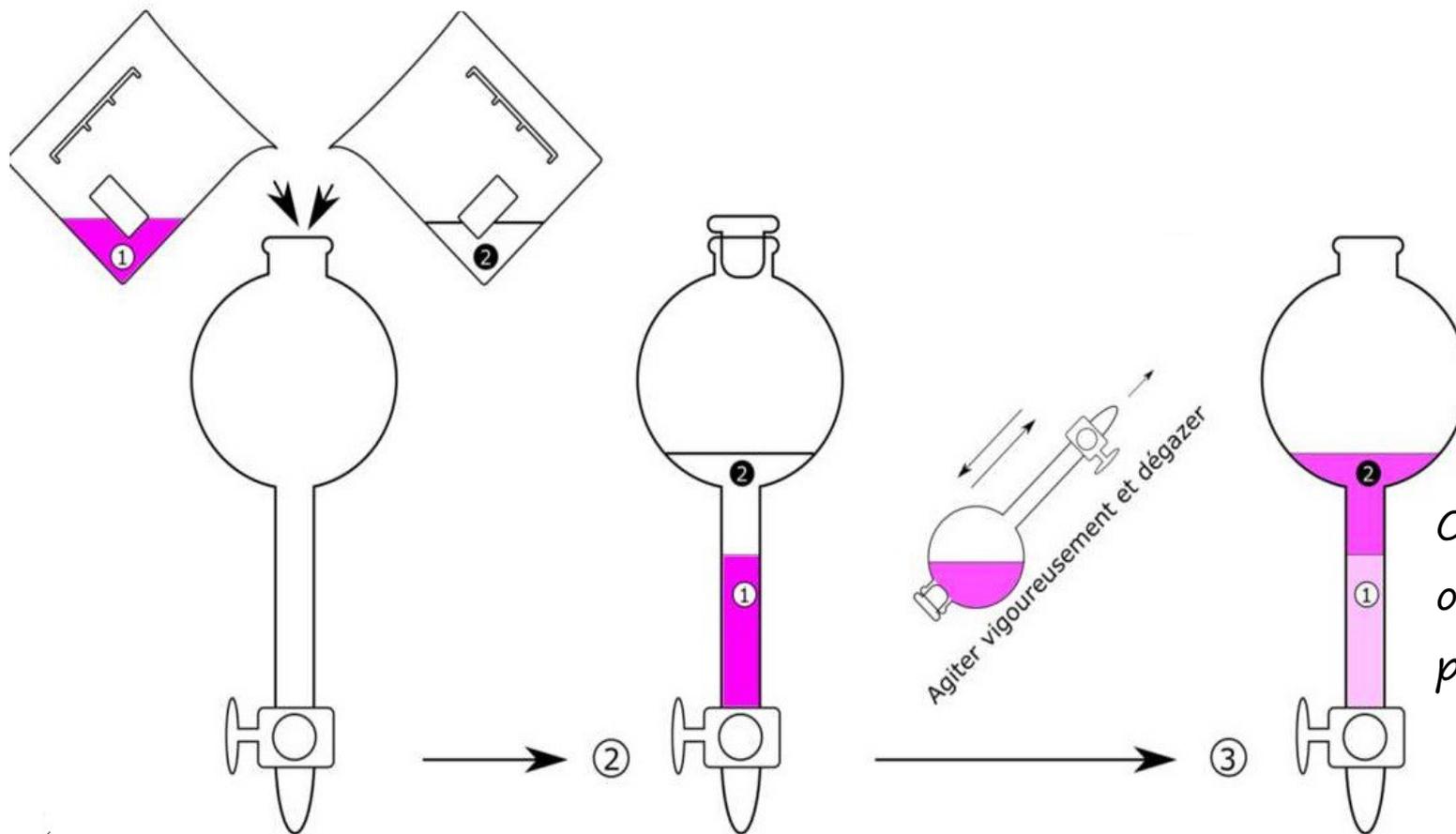


Vidéo Filtration sous vide



## Extraction liquide / liquide

- 1 Mélange en fin de réaction, contenant l'espèce d'intérêt à extraire
- 2 Solvant extracteur (non miscible avec l'eau et l'espèce d'intérêt doit y être plus soluble que dans l'eau)



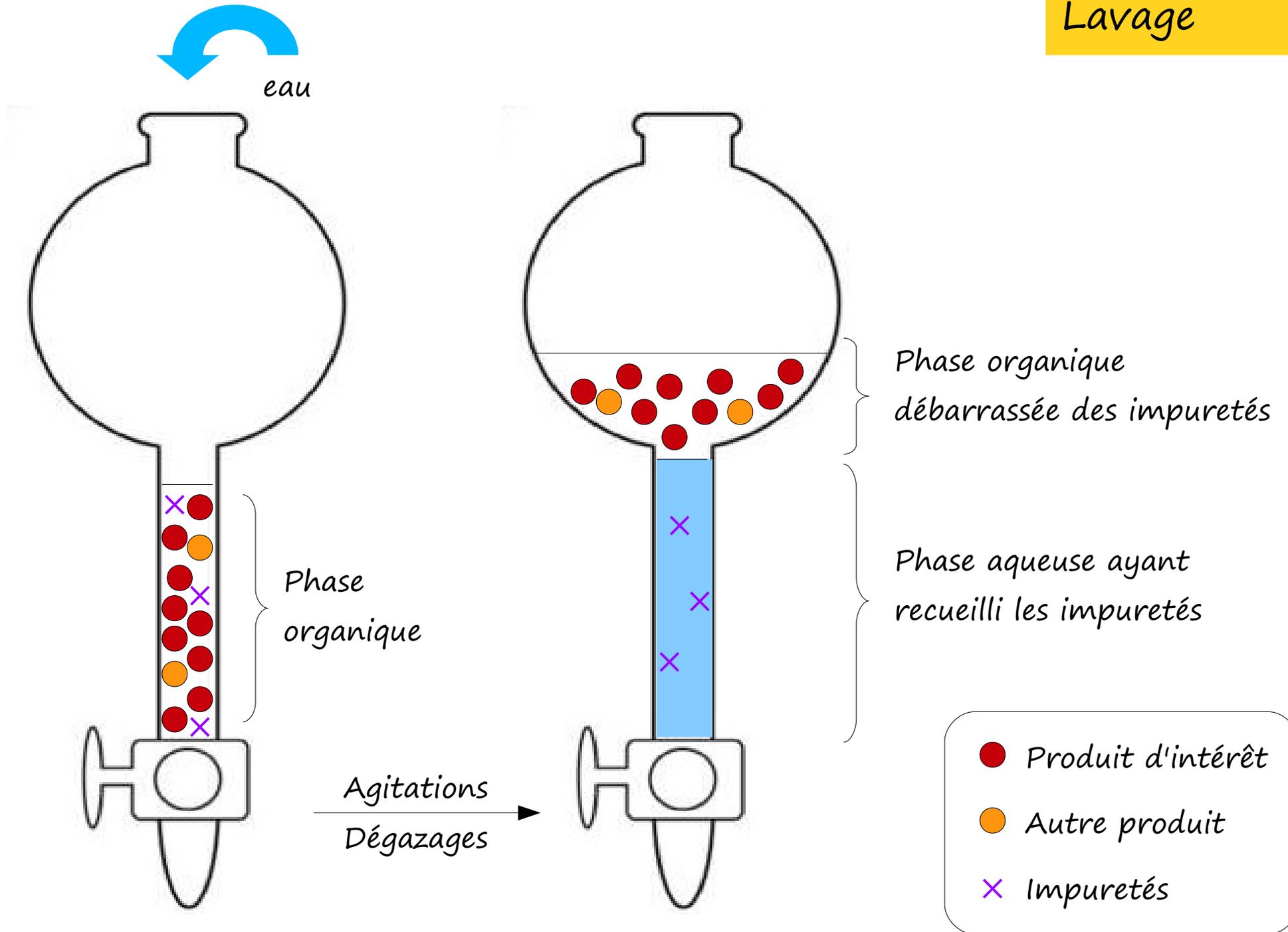
La phase 2 a recueilli le produit d'intérêt et éventuellement d'autres espèces organiques ou autres impuretés

On laisse décanter et on récupère les 2 phases séparément

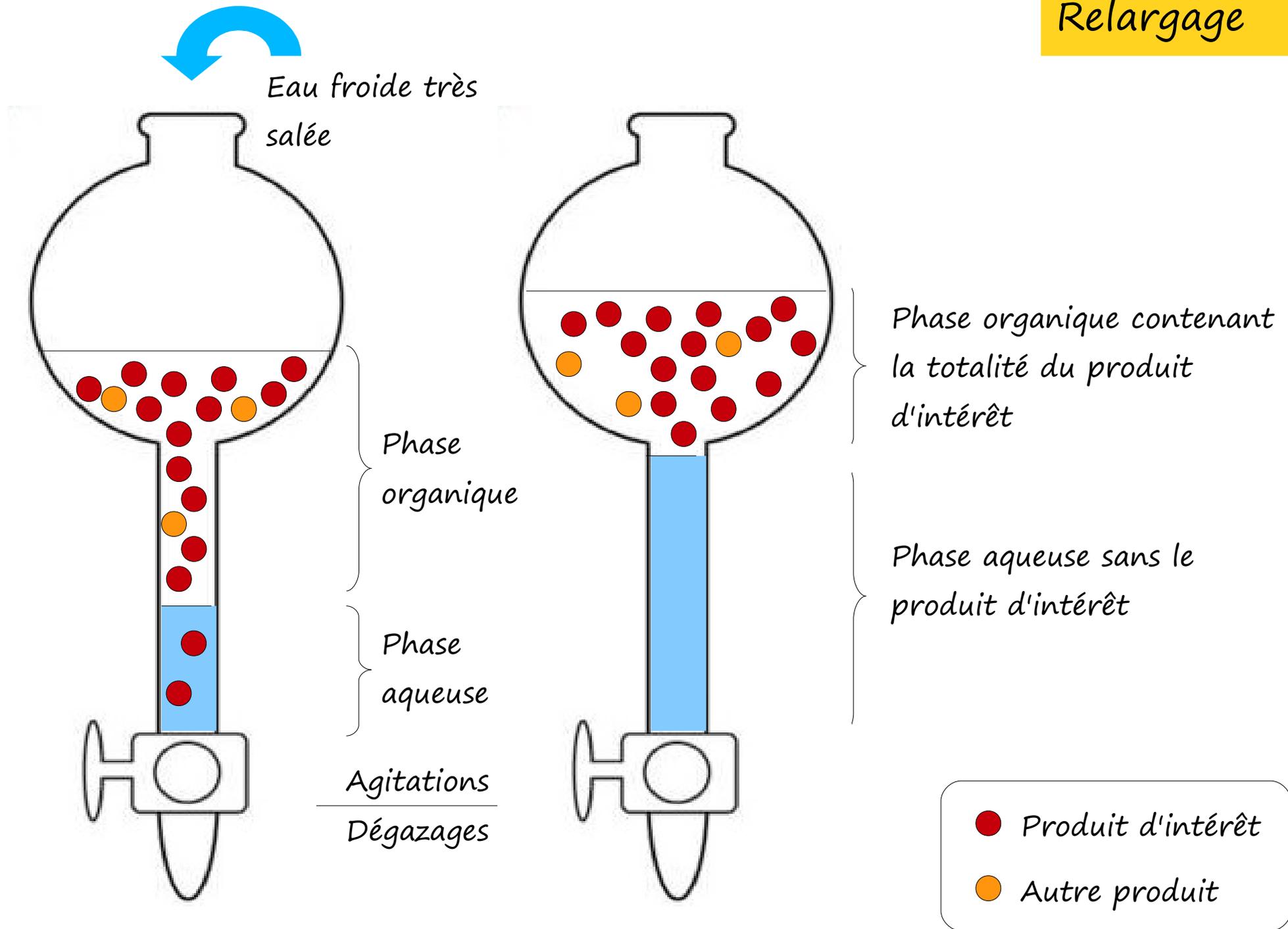
Vidéo Extraction liquide / liquide



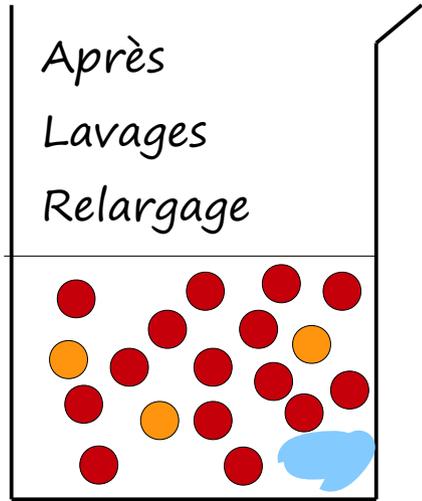
## Lavage



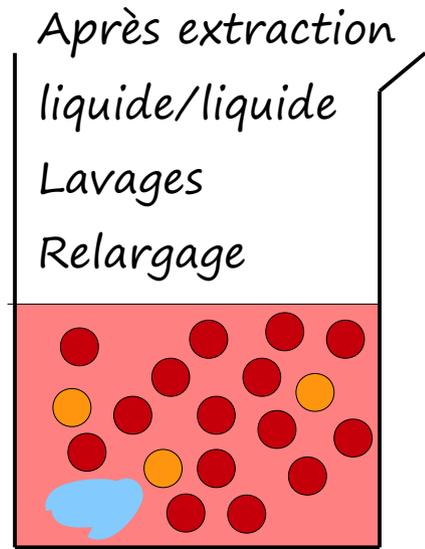
Relargage



Produit brut

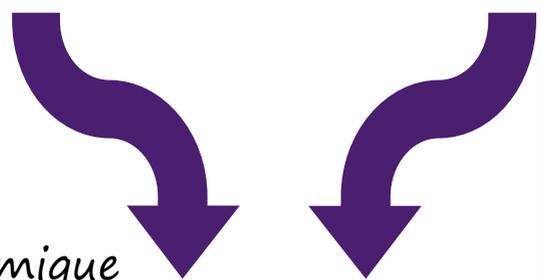


ou

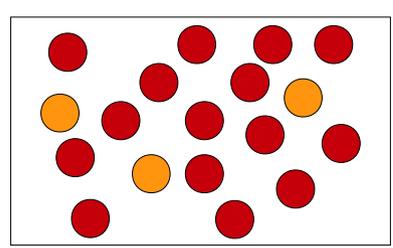


- Produit d'intérêt
- Autre produit
- ☁ Traces d'eau
- ☁ Solvant extracteur

Désséchant chimique



Evaporateur rotatif



Produit brut

## Chapitre 19

# Synthèses



1

Transformation chimique

2

Isolement

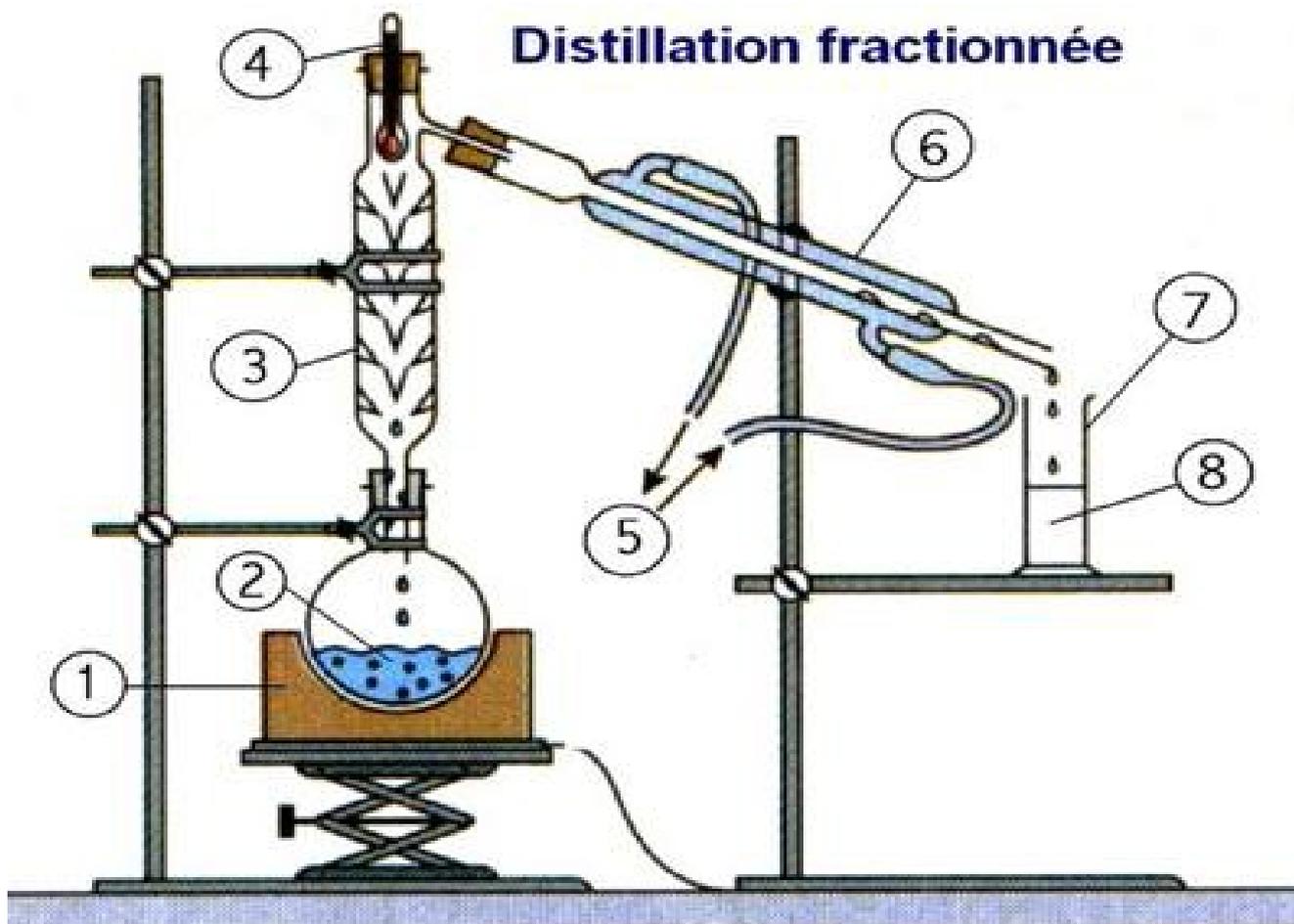
3

Purification

4

Analyse

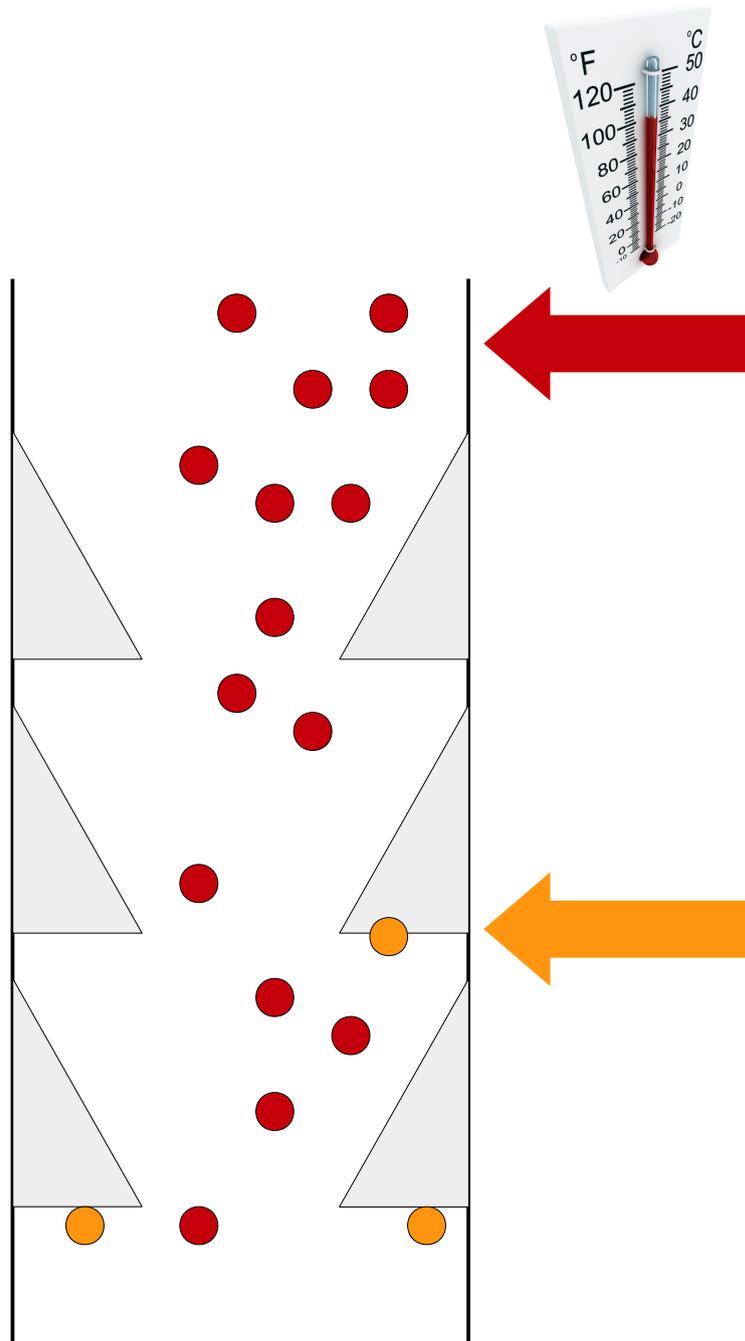
## Distillation fractionnée



- 1 Chauffe-ballon
- 2 Mélange à purifier
- 3 Colonne à distiller
- 4 Thermomètre
- 5 Arrivée/Sortie eau
- 6 Condenseur
- 7 Eprouvette
- 8 Distillat

Elle permet de **séparer** un mélange de constituants miscibles volatils dont les **températures d'ébullition** sont très différentes

## Distillation fractionnée



Température en tête de colonne =  
 $T_{éb}$  du plus volatile (produit d'intérêt)

La vapeur en tête de colonne est pure  
et ne contient que le produit d'intérêt.

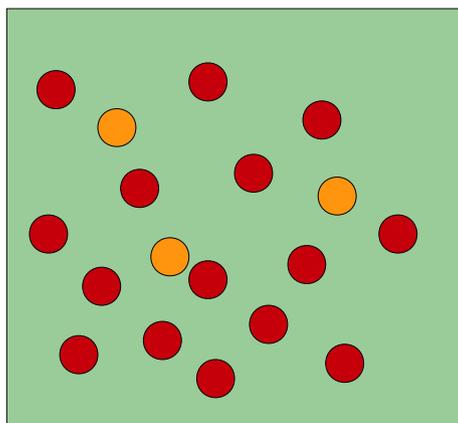
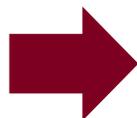
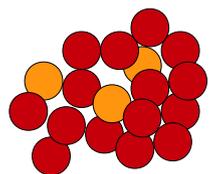
Les autres espèces organiques de  
températures d'ébullition plus élevées se  
condensent sur les parois de la colonne  
Vigreux

Vidéo Distillation fractionnée

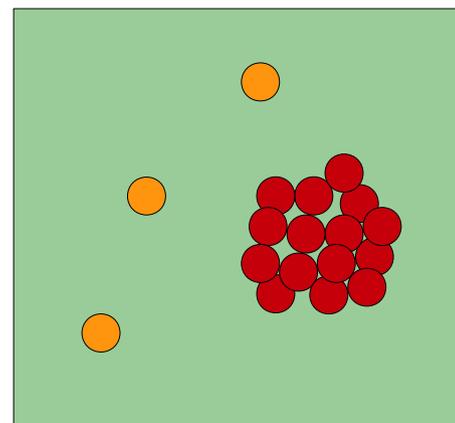
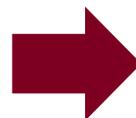


## Recristallisation

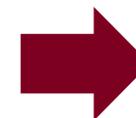
Produit brut  
solide



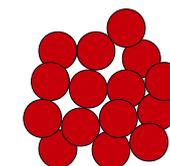
A *chaud*, le solvant dissout à la fois le produit d'intérêt et les impuretés.



A *froid*, seules les impuretés restent dissoutes. Le produit d'intérêt cristallise.



Produit pur  
Recristallisé



[Vidéo Recristallisation](#)



## Chapitre 19

# Synthèses



1

Transformation chimique

2

Isolement

3

Purification

4

Analyse

## Pourquoi analyser ?

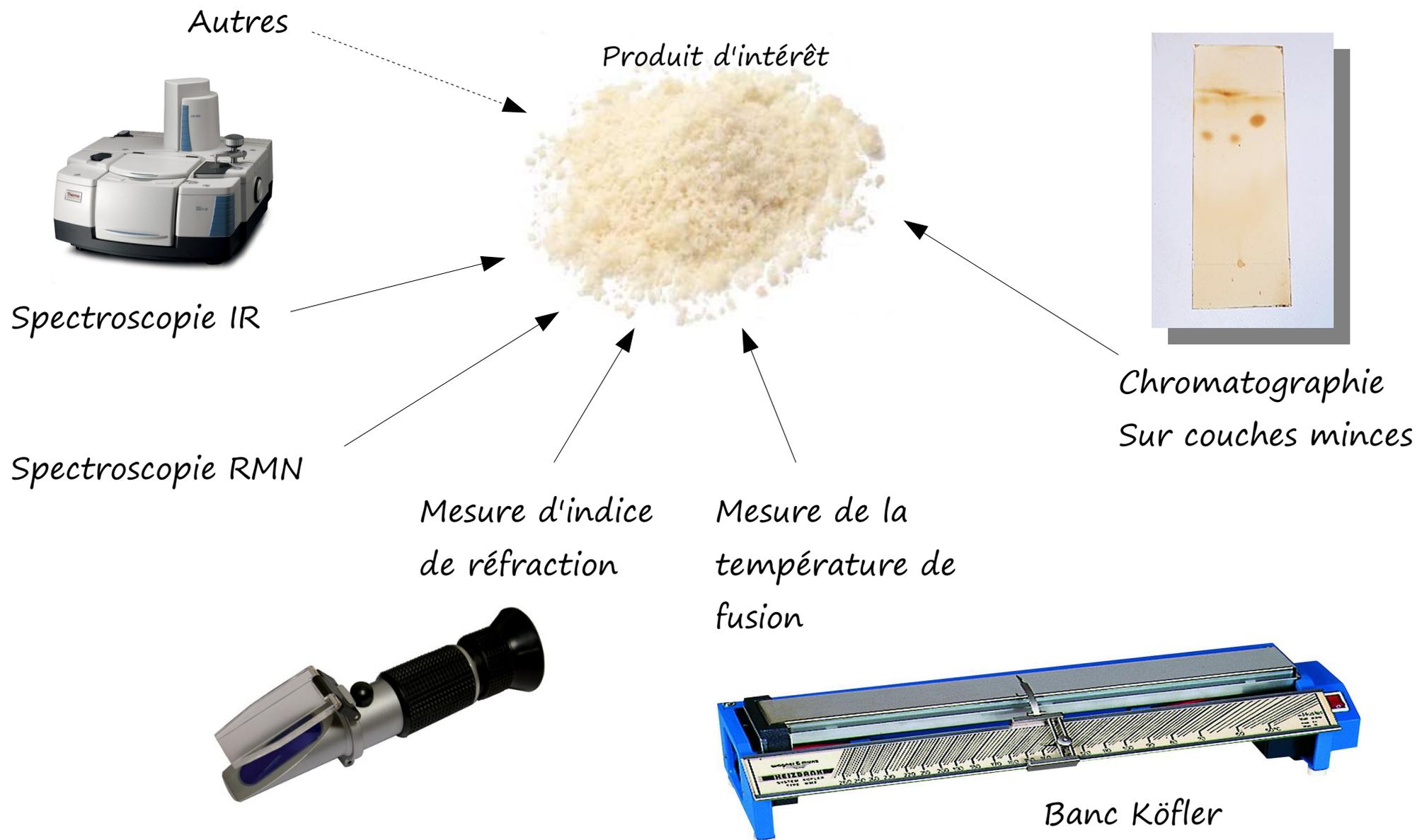


*Produit d'intérêt supposé pur*

- *Vérifier qu'on a bien synthétisé le produit d'intérêt.*
- *Vérifier la pureté*
- *Calculer le rendement*



# Techniques



## Chromatographie CCM

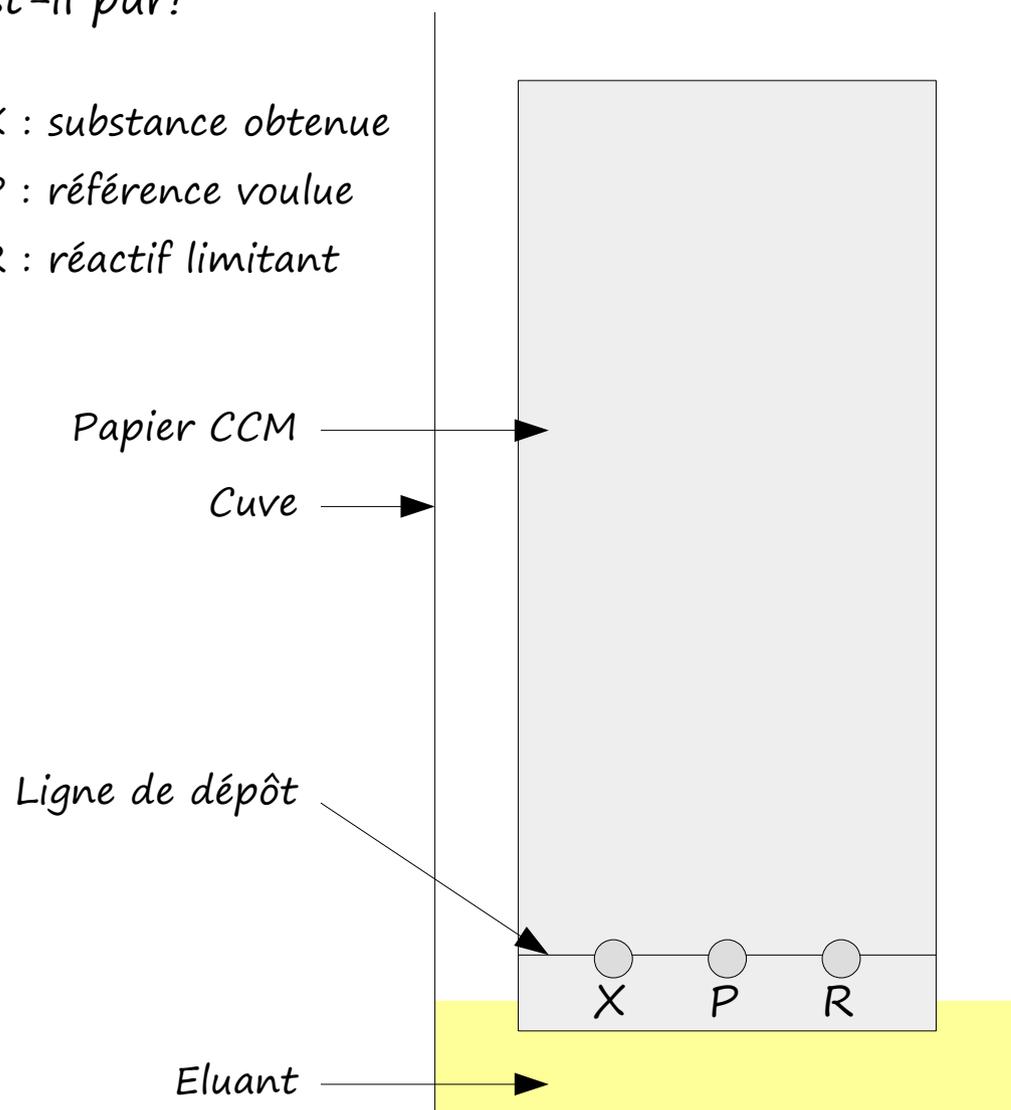
A-t-on fabriqué le produit voulu?

Est-il pur?

X : substance obtenue

P : référence voulue

R : réactif limitant



Vidéo Chromatographie CCM



## Chromatographie CCM

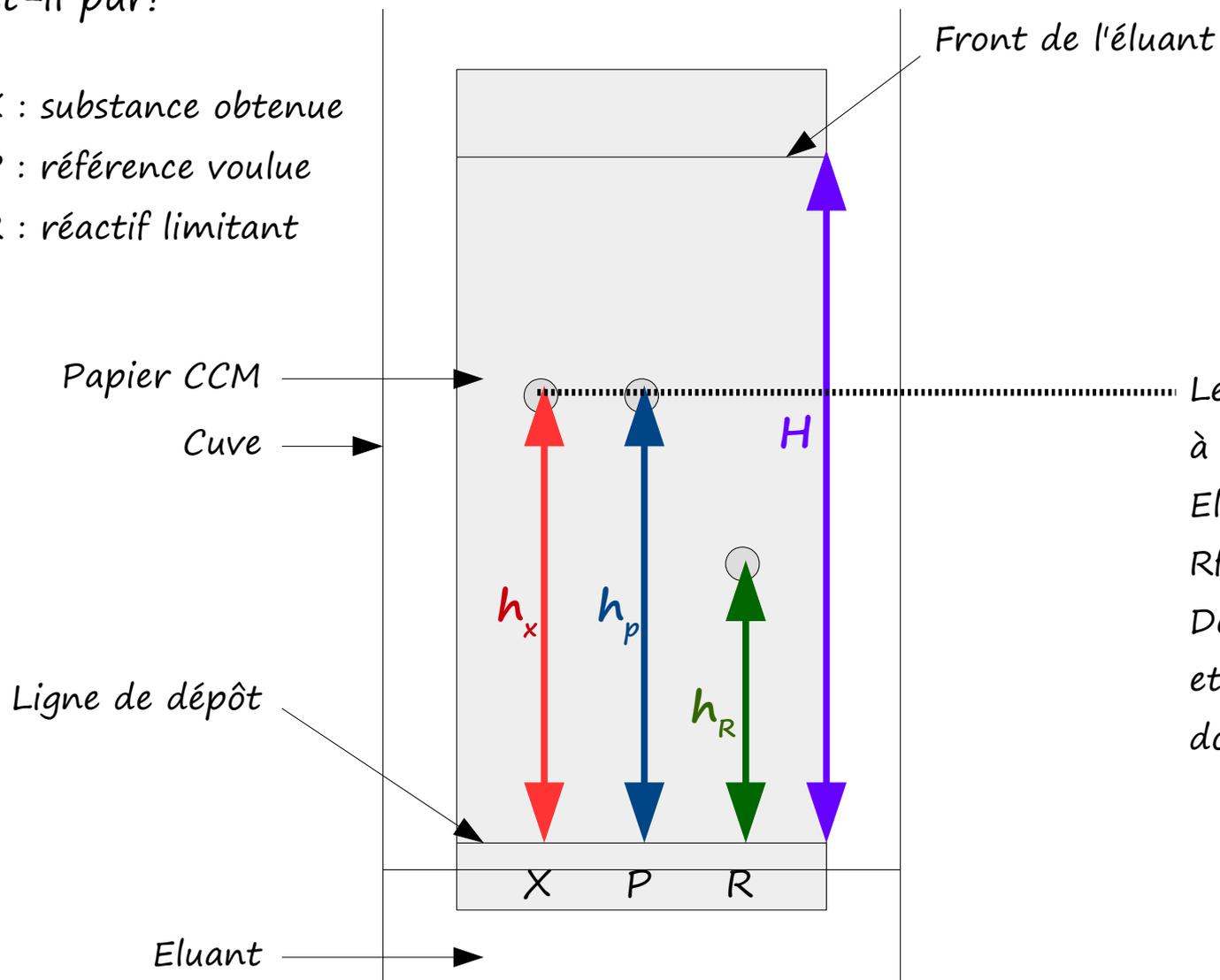
A-t-on fabriqué le produit voulu?

Est-il pur?

X : substance obtenue

P : référence voulue

R : réactif limitant



Rapport frontal  $R_f$

$$R_f = \frac{h}{H}$$

Les taches de X et P sont arrivées à la même hauteur.

Elles ont même rapport frontal :

$$R_f(X) = R_f(P)$$

Donc on a bien fabriqué l'espèce P et elle est pure (1 seule tache donnée par le dépôt X)

## Chromatographie CCM

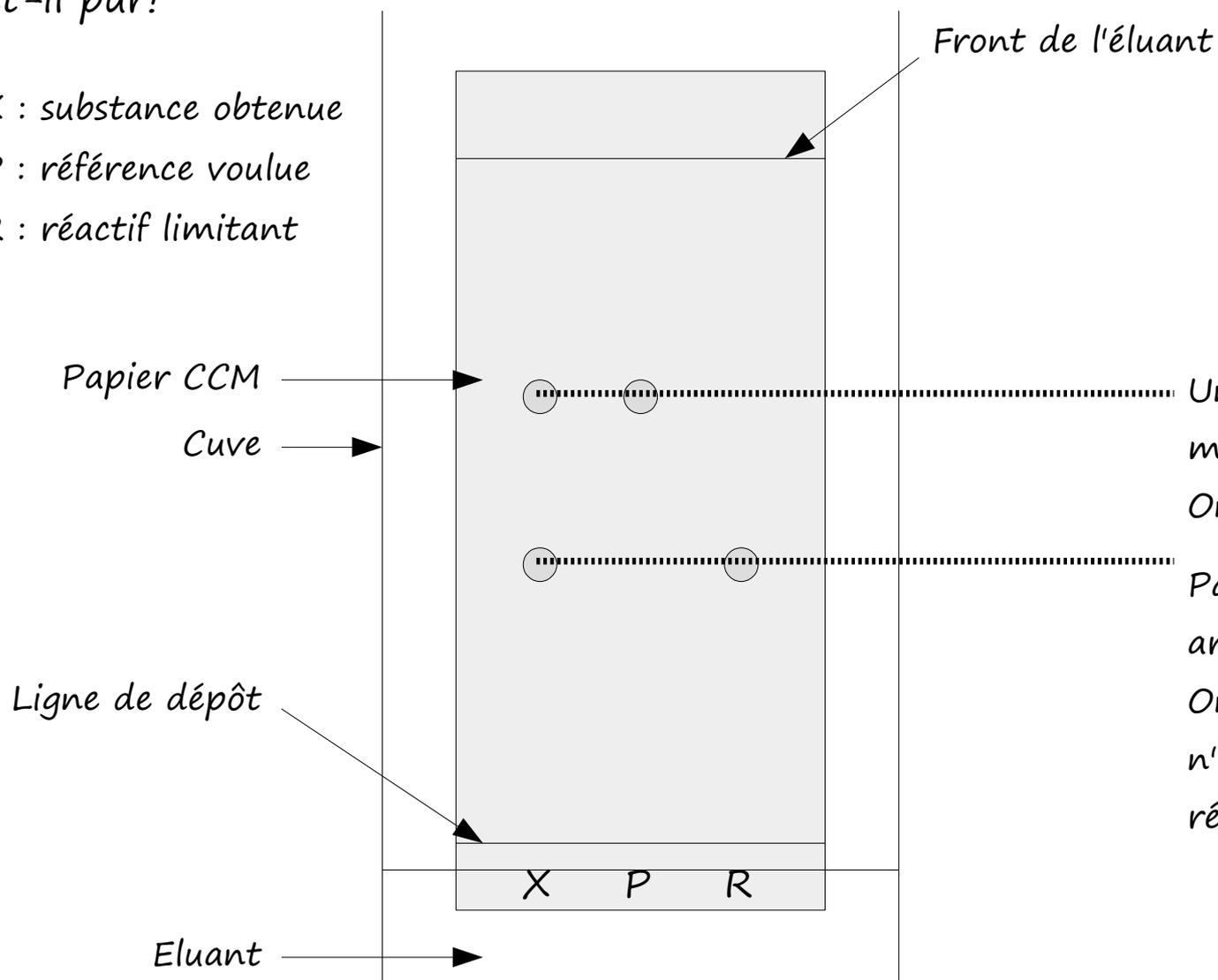
A-t-on fabriqué le produit voulu?

Est-il pur?

X : substance obtenue

P : référence voulue

R : réactif limitant



Rapport frontal  $R_f$

$$R_f = \frac{h}{H}$$

Une tache de X est arrivée à la même hauteur que P :  
On a bien fabriqué l'espèce P.

Par contre, l'autre tache de X est arrivée à la même hauteur que R.  
On a bien fabriqué P, mais il n'est pas pur puisqu'il reste du réactif R.

Rendement  $\rho$  ou  $r$ 

$$\rho = \frac{n_{\text{effectif}}}{n_{\text{max}}}$$

Rendement  $\rho$  ou  $r$ 

$$\rho = \frac{m_{\text{effective}}}{m_{\text{max}}}$$

Rendement



$n_{\text{effectif}}$  (ou  $m_{\text{effective}}$ ) s'obtient grâce à une donnée de l'énoncé ( $m_{\text{effective}}$ , ...)  
 ( $m_{\text{effective}}$  est obtenue expérimentalement par pesée du produit brut purifié)

$n_{\text{max}}$  s'obtient grâce à un tableau d'avancement



État initial $x=0$	$n_1$	$n_2$	0	0
État interm $x$	$n_1 - x$	$n_2 - x$	$x$	$x$
État final $x=x_{\text{max}}$	hypothèses		$x_{\text{max}}$ = $n_{\text{max}}$	$x_{\text{max}}$

# Conclusion

Étape 1  
Transformation chimique

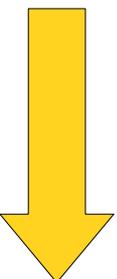
Étape 2  
Isolement

Étape 3  
Purification

Étape 4  
Analyse



Réactifs  
et solvant



Chauffage à reflux

Produit intérêt  
+ autres espèces

solide

liquide

Filtration sous vide



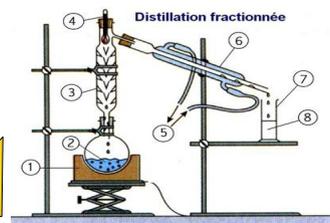
Extraction liq/liq  
Lavages  
Relargage

Produit intérêt  
+ impuretés

solide

liquide

Recristallisation



Distillation fractionnée

Produit intérêt  
pur

**Rendement**  
$$\rho = \frac{m_{effective}}{m_{max}}$$



Banc Köfeler



Spectroscopie IR  
Chromatographie  
Sur couches minces



Indice de réfraction