

## PROTOCOLE DE SYNTHÈSE ORGANIQUE

La synthèse de composés organiques nécessite la prise en compte de nombreux paramètres afin que les produits obtenus le soient avec de bons rendements, en toute sécurité et à moindre coût.

### Sécurité

Dans un laboratoire de chimie, tous les intervenants doivent respecter des consignes de sécurité strictes. Elles portent sur des domaines variés comme : **La tenue vestimentaire, les modes de déplacement du personnel, l'organisation des paillasses, la sécurité des montages, le traitement des déchets**

### Coûts

Différents paramètres ont un impact sur le coût d'une manipulation : **La matière première utilisée, l'emploi de conditions expérimentales particulières** (chauffage, catalyseur, forte pression,...) ; **Le recyclage** des produits non utilisés.

### Espèces chimiques mises en jeu

Un protocole expérimental décrit les différentes opérations à réaliser en précisant les composés chimiques à mélanger accompagnés des consignes de sécurité à respecter lors de leur usage.

### Choix des paramètres expérimentaux

Le protocole expérimental décrit également **les conditions expérimentales** à imposer : température, pression, durée de réaction  
Le **solvant** assure la solubilisation, ou non, des composés chimiques utilisés, et sert aussi de facteur cinétique ;  
Le **pH** permet de modifier la solubilisation des composés chimiques utilisés, sert de facteur cinétique mais peut aussi favoriser une réaction par rapport à une autre.

### Choix du montage

Selon les conditions expérimentales, on choisira le montage le plus adapté :

- **L'agitation** permet d'homogénéiser le mélange réactionnel et favorise la solubilisation des composés ;
- **L'ampoule de coulée** permet d'ajouter progressivement un composé au cours de la réaction ;
- **Le montage à reflux** permet d'augmenter la température du mélange réactionnel sans perte par vaporisation (l'usage de grains de pierre ponce permet alors de réguler l'ébullition).

### Traitement du milieu réactionnel

Lorsque la réaction est terminée, le produit souhaité doit être isolé des autres composés (les réactifs restants et les autres produits de la réaction). Plusieurs techniques sont possibles :

- **L'extraction par solvant** avec une ampoule à décanter, basé sur la différence de solubilité des composés présents dans un solvant extracteur
- **Le lavage par solvant** permet d'éliminer les impuretés lorsque celles-ci sont solubles dans un solvant
- **L'évaporation du solvant** basée sur la faible température du solvant présent pour l'enlever du milieu réactionnel
- **La filtration** est généralement réalisée avec un filtre Büchner, et permet de séparer les phases solide et liquide ;
- **Le séchage** est généralement réalisé avec du sulfate de magnésium anhydre ou du sulfate de sodium anhydre, et permet d'éliminer les dernières traces d'eau présentes après une extraction ou un lavage.

### Techniques de purification

Lorsque la réaction est terminée, et que les impuretés n'ont pas toutes été retirées, une étape de purification est nécessaire. Pour cela, plusieurs techniques sont possibles :

- **La distillation** permet de séparer les constituants d'un mélange liquide dont les températures de vaporisation sont différentes ;
- **La recristallisation** permet d'éliminer les impuretés présentes dans un solide en jouant sur les différences de solubilité du produit et des impuretés dans un solvant en fonction de la température ;
- **La chromatographie sur colonne** permet de séparer les constituants d'un mélange.

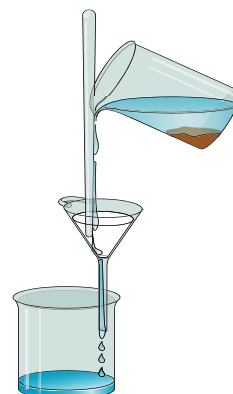
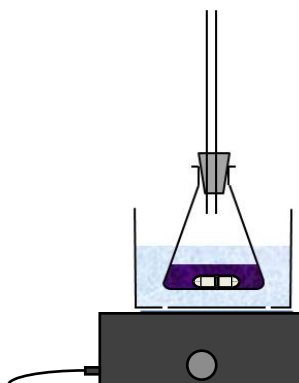
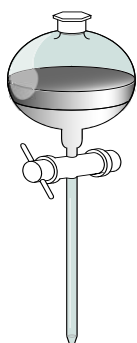
### Analyse du produit

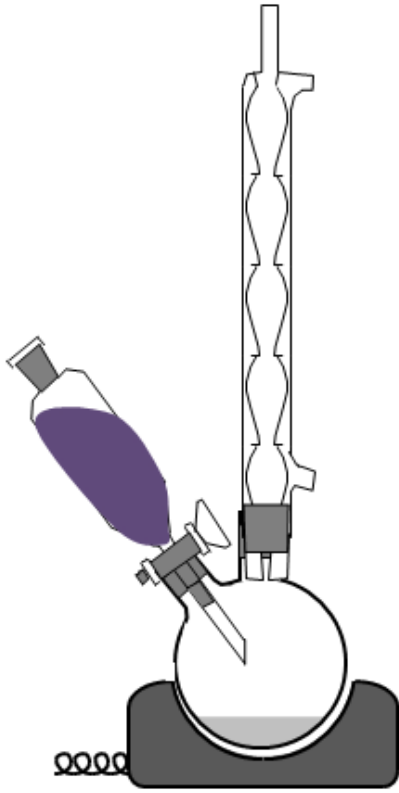
Afin d'identifier un produit synthétisé ou de contrôler sa pureté, différents types d'analyse existent : **Chromatographie** sur Couche Mince (CCM), mesure d'une température de changement d'état, de **l'indice de réfraction**, réalisation d'un **spectre IR, Visible, UV, RMN,...**

### Calcul du rendement de la synthèse

Le rendement d'une synthèse est défini comme le rapport entre la quantité de matière de produit réellement obtenue ( $n_{\text{exp}}$ ) et la quantité de matière maximale de produit que l'on pourrait obtenir par la théorie ( $n_{\text{th}}$ ) :  $\eta = n_{\text{exp}} / n_{\text{th}}$ , où  $n_{\text{exp}}$  est déterminée après purification, et  $n_{\text{th}}$  est calculée pour un avancement maximal hypothétiquement atteint.

Quelques montages à reconnaître et à légénder :





•••

