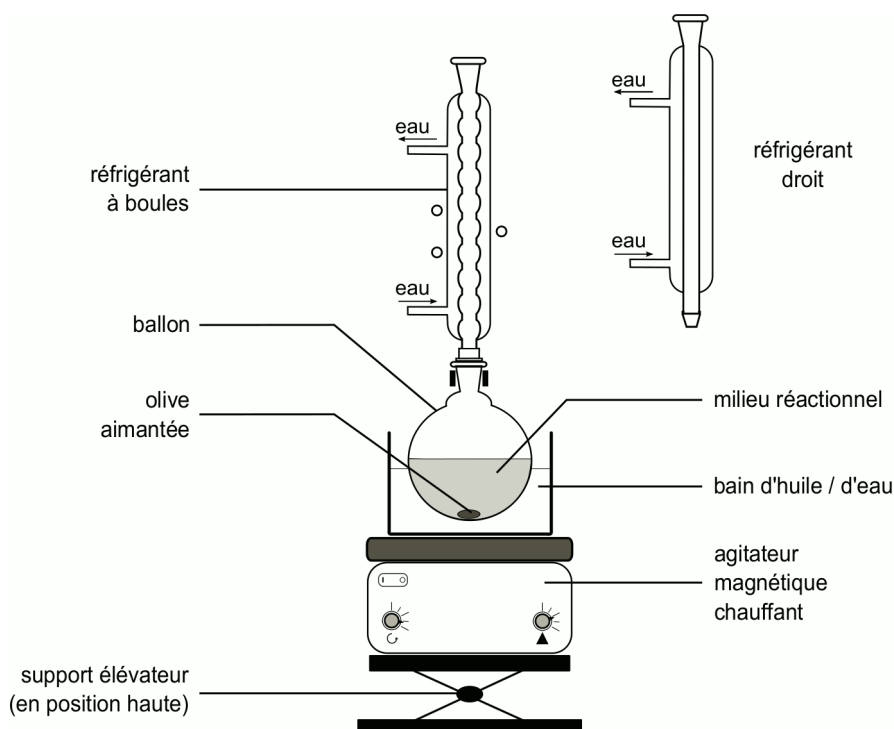


Objectifs

- Identifier, dans un protocole, les étapes de transformation des réactifs, d'isolement, de purification et d'analyse (identification, pureté) du produit synthétisé.
- Justifier, à partir des propriétés physico-chimiques des réactifs et produits, le choix de méthodes d'isolement, de purification ou d'analyse.
- Déterminer, à partir d'un protocole et de données expérimentales, le rendement d'une synthèse.
- Schématiser des dispositifs expérimentaux des étapes d'une synthèse et les légender.
- Exploiter, à partir de valeurs de référence, un spectre d'absorption infrarouge.

1. Protocole de synthèse

- Dans la quasi totalité des cas, le montage à utiliser pour effectuer la transformation est le montage de chauffage à reflux.



Montage de chauffage à reflux. ■ : Fixations fermes. ○ : Fixations lâches.

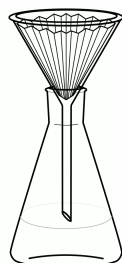
- Le chauffage du milieu réactionnel, contenant le solvant, les réactifs et le catalyseur, lors d'une transformation de chimie organique permet :
 - ↳ d'accélérer (ou de permettre) une réaction trop lente à température ambiante.
 - ↳ d'accroître la solubilité des composés dans le solvant.
- À l'issue de la réaction, le ballon contient un mélange de réactifs restants, de produits formés – souhaités ou non – du catalyseur éventuel et du solvant de travail.
- Ce mélange s'appelle le brut réactionnel.

2. Isolement et traitement du produit recherché

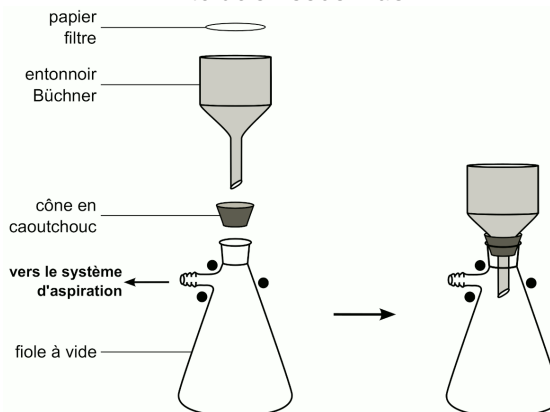
• À l'issue de la synthèse, il faut alors extraire le composé d'intérêt visé, du brut réactionnel. Selon l'état physique du produit à température ambiante, plusieurs techniques d'extraction sont disponibles :

↳ Dans le cas d'un solide, le composé d'intérêt est extrait par filtration simple (par gravité) ou par filtration sous vide (essorage à l'aide d'une fiole à vide) Il peut être ensuite lavé et séché à l'étuve.

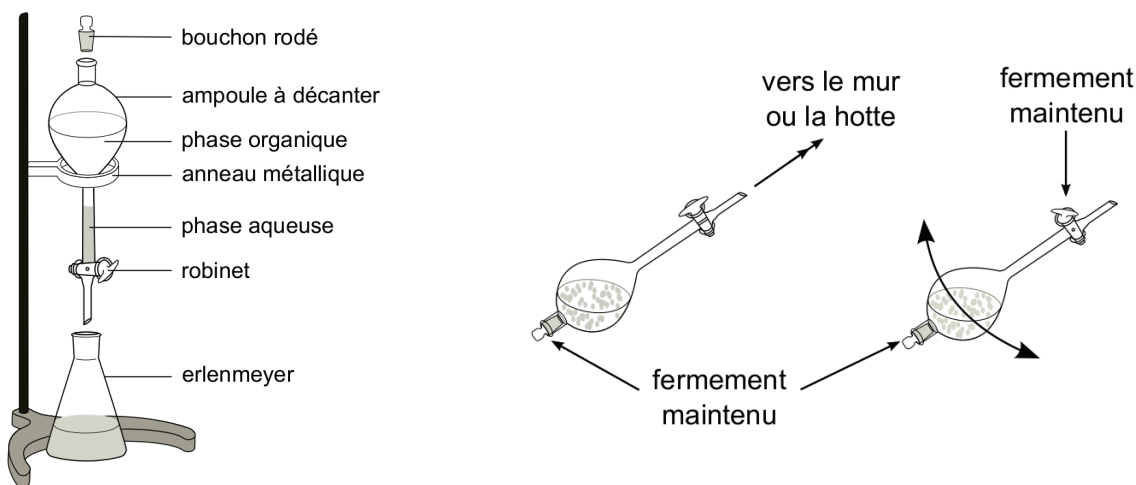
Filtration par gravité



Filtration sous vide



↳ Dans le cas d'un liquide, le composé d'intérêt est le plus souvent récupéré par une extraction liquide-liquide (bien qu'une distillation soit parfois possible) Le but de la manipulation est d'isoler le composé d'intérêt en le faisant passer dans une nouvelle phase organique (le plus souvent) On utilise pour cela une ampoule à décanter.



La phase organique peut alors être lavée, puis séchée (à l'aide de sulfate de magnésium anhydre) On chasse enfin le solvant par une distillation sous pression réduite à l'aide d'un évaporateur rotatif.

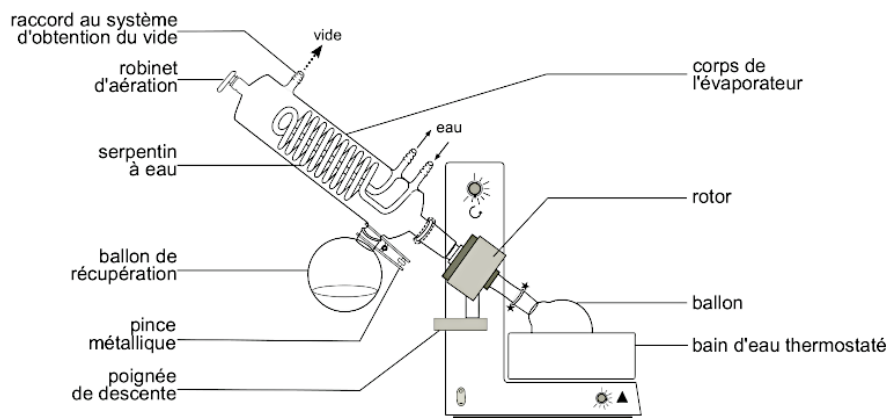
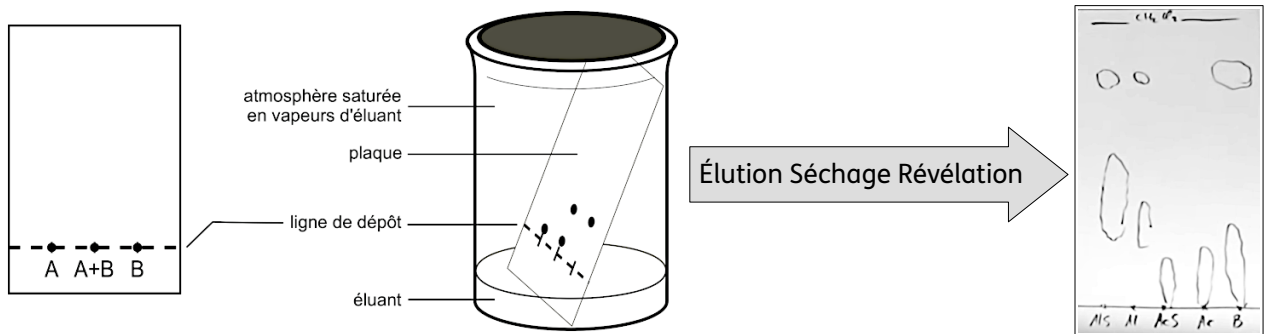


Schéma d'un évaporateur rotatif. * : clip de sécurité.

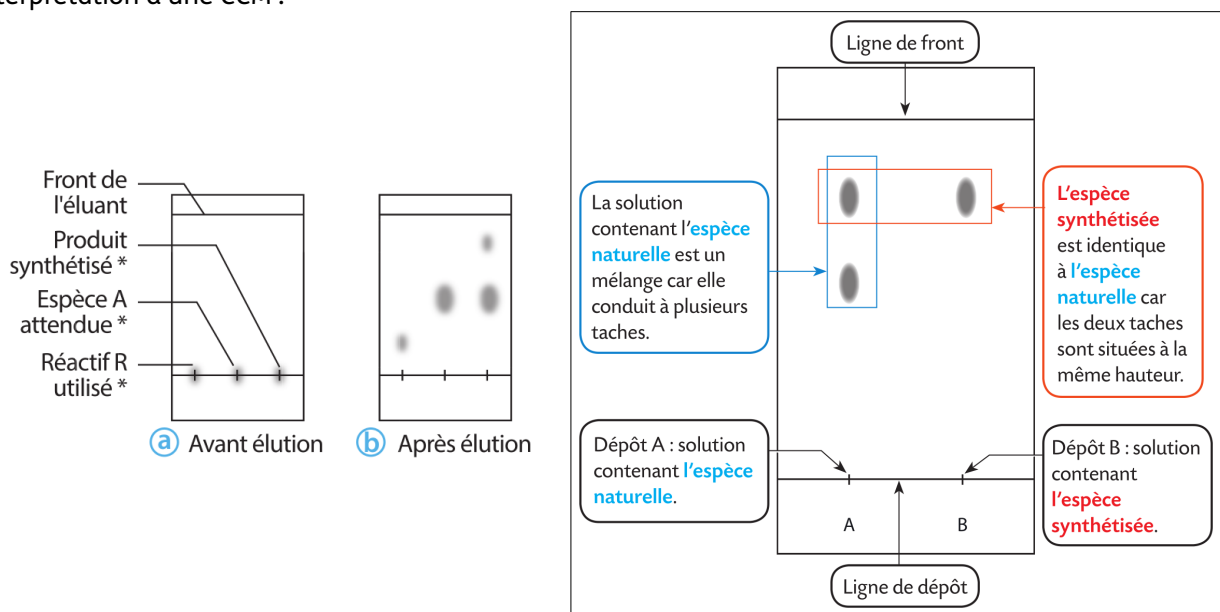
3. Analyse du produit

- Il existe des techniques autres que les spectrométries RMN et IR.

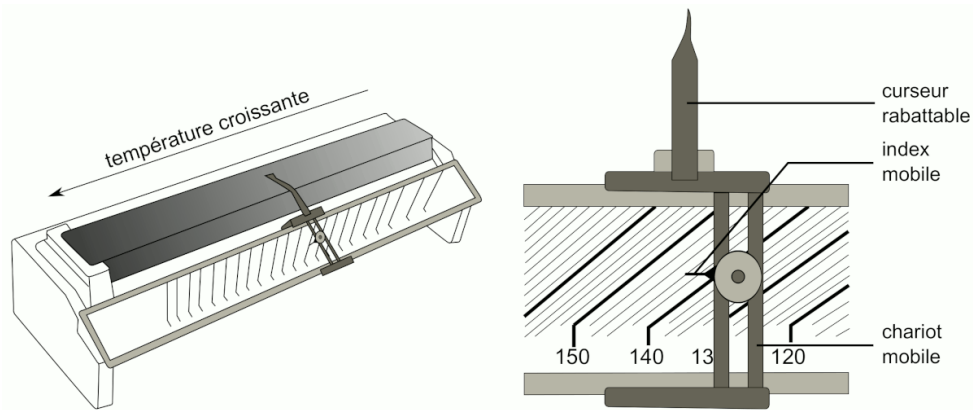
↳ Chromatographie sur Couche Mince CCM.



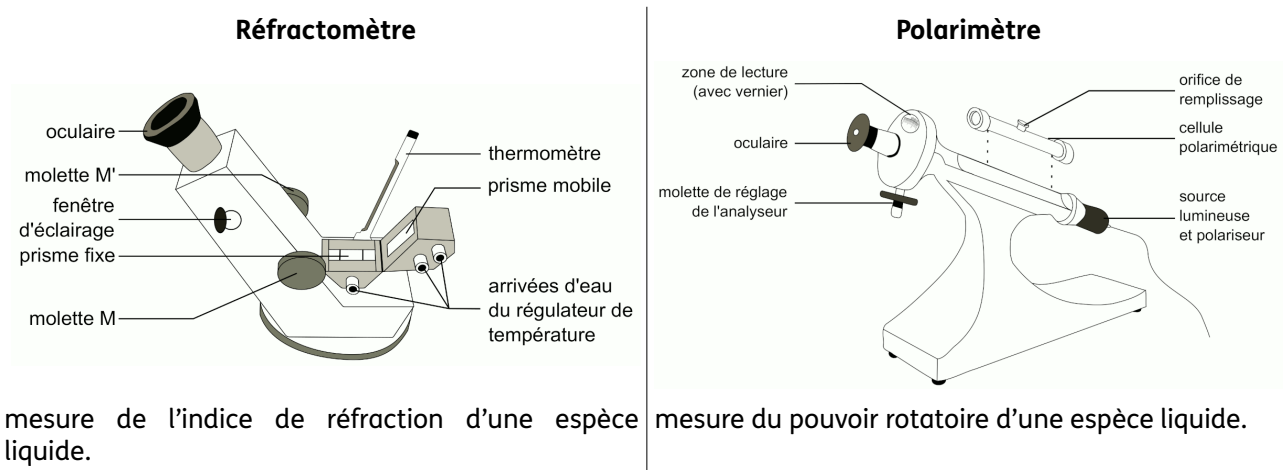
Interprétation d'une CCM :



↳ le banc Kofler qui permet de déterminer la température de fusion d'un solide. La mesure de la température de fusion des cristaux permet d'identifier un solide et de contrôler sa pureté. La présence d'impuretés abaisse la température de fusion.



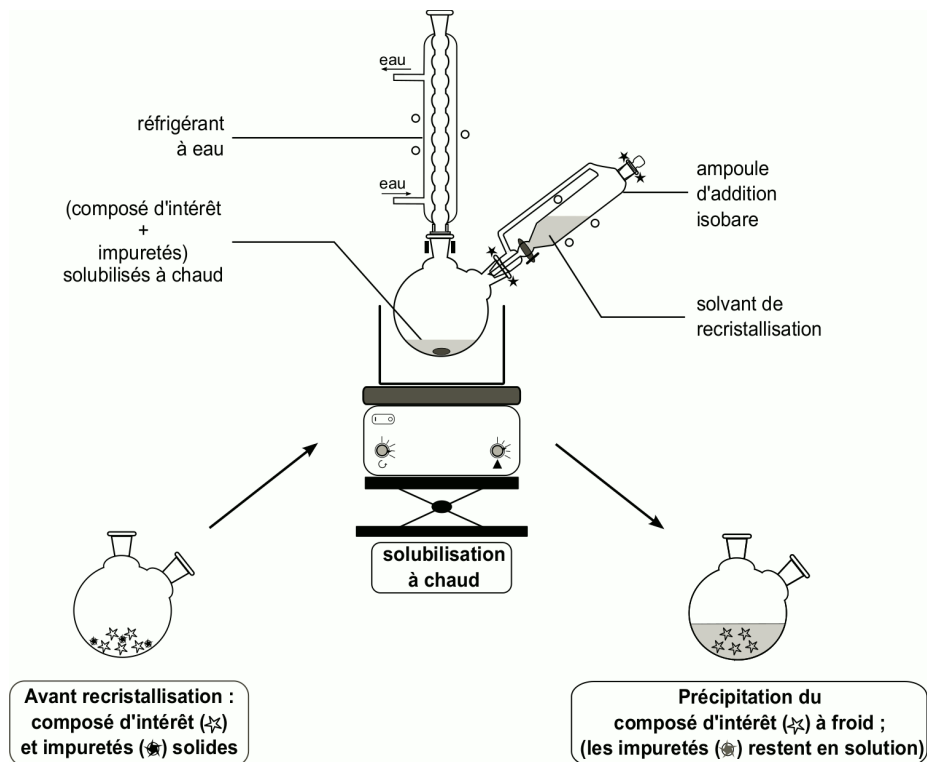
↳ la réfractométrie ou la polarimétrie dans le cas d'un liquide



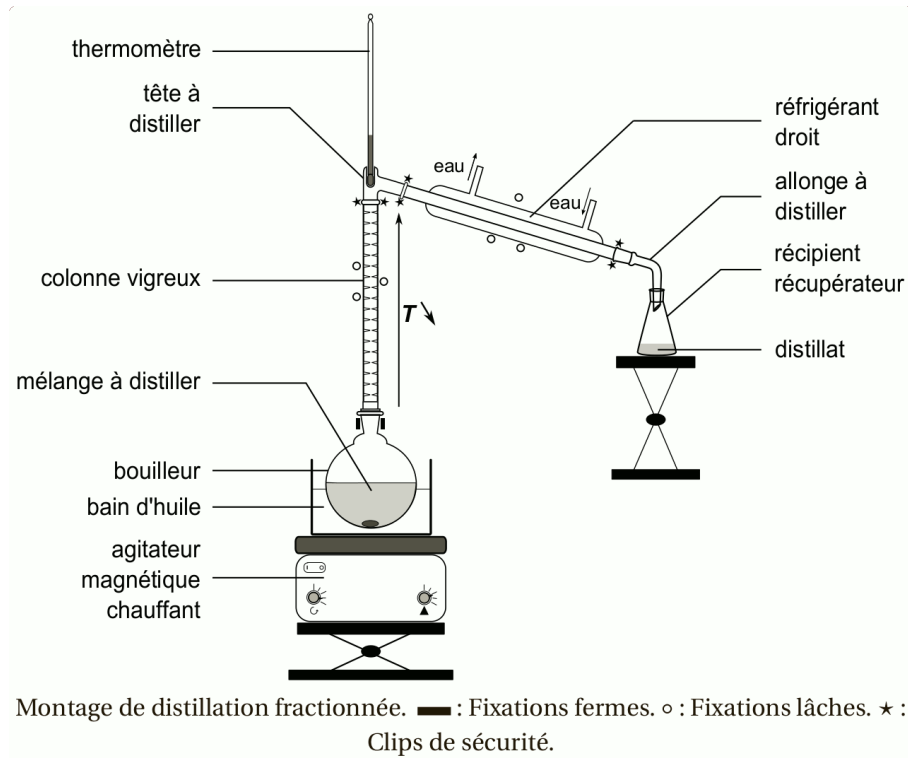
4. Purification

• À l'issue de l'analyse, on peut être amené à conduire une purification, afin d'éliminer les espèces « indésirables » La purification peut se faire :

↳ par recristallisation dans le cas d'un solide recristallisation. Cette technique est basée sur la différence de solubilité à chaud et à froid, du composé d'intérêt et des impuretés.



↳ par distillation fractionnée dans le cas d'un liquide.



5. Calcul du rendement

• Le rendement, noté r ou ρ , de la manipulation se calcule en faisant le rapport entre la quantité de matière de produit réellement formé et la quantité de matière maximale théorique de produit que l'on peut obtenir.

$$r \text{ ou } \rho = \frac{n_{\text{produit réellement obtenu}}}{n_{\text{produit que l'on peut obtenir au maximum}}}$$

6. Spectroscopie IR

• En plus des radiations électromagnétiques auxquelles l'œil humain est sensible, d'autres radiations peuvent être absorbées par un échantillon de matière.

↳ Ainsi, dans le cas de la spectroscopie Infrarouge, les longueurs d'onde absorbées par un échantillon de matière sont comprises entre 800 nm et $1 \cdot 10^{-3}$ m.

• Un spectroscope infrarouge émet des ondes électromagnétiques infra-rouge en direction d'un échantillon de matière. En analysant la lumière transmise, le spectre produit renseigne sur les liaisons entre atomes présents. Il informe donc sur les groupes caractéristiques des entités chimiques de l'échantillon.

↳ Ce n'est pas la longueur d'onde λ qui est portée sur l'axe des abscisses, mais le nombre d'onde σ qui est l'inverse de la longueur d'onde : $\sigma = \frac{1}{\lambda}$. De plus, l'axe des abscisses croit vers la gauche.

• La partie du spectre en-deçà de $\sigma = 1500 \text{ cm}^{-1}$ n'est pas étudiée.

• L'interprétation des spectres se fait à l'aide de tables de données qui répertorient les nombres d'onde, intensité et largeur des différents pics, en fonction des liaisons mises en jeu.

