



La synthèse chimique

Une synthèse chimique est l'ensemble des étapes de fabrication d'une espèce chimique précise par transformation de réactifs. Une synthèse peut mettre en jeu plusieurs transformations et peut se faire de plusieurs manières. Le choix d'un protocole se fait en fonction de plusieurs critères (coût, sécurité, faisabilité, rendement,...)

I. Les consignes de sécurité

1. Le montage

Il est nécessaire de manipuler la verrerie avec précaution, le montage expérimental se fait sur une paillasse propre. Le matériel en verre est fixé à un support de façon à être tenu tout en conservant une petite liberté de mouvement. Le chauffage doit pouvoir être interrompu à tout moment.

2. Les produits utilisés

Les produits chimiques utilisés requièrent tous des précautions différentes. Il faut toujours consulter les pictogrammes avant de manipuler.

Le port de gants protège des espèces chimiques corrosives ou toxiques, les lunettes (même si elles ne sont pas belles...) protègent des projections.

On ne porte pas de gants si les mains doivent s'approcher d'une flamme.

3. Le protocole expérimental

Si les produits sont volatils, il est nécessaire de manipuler sous la hotte.

II. Les étapes de la synthèse

1. La transformation

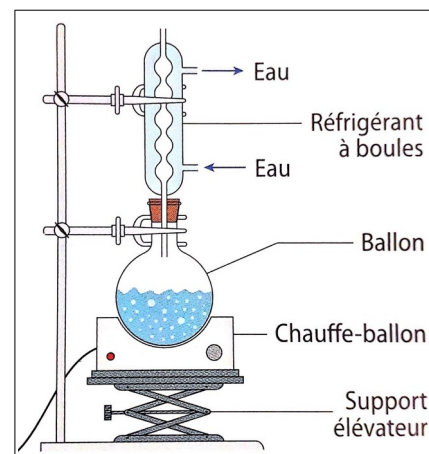
La première étape de la synthèse est la transformation. Elle s'effectue selon des conditions expérimentales très précises. Quelques paramètres essentiels sont:

- La température qui influe sur la vitesse de réaction donc à contrôler.
- Choix des solvants suivant leurs propriétés (solubilité, température d'ébullition,...)
- Les proportions relatives qui conditionnent le rendement relatif de la transformation.

Le montage à reflux permet de chauffer le milieu réactionnel sans perte de matière. Lors d'un chauffage à reflux, le réfrigérant, ouvert à son extrémité, évite les risques de surpression et d'explosion du montage et limite les émanations de gaz en les faisant se condenser par refroidissement.

L'eau de refroidissement doit arriver par le bas et ressortir par le haut de manière à remplir complètement le réfrigérant et assurer ainsi un refroidissement optimal.

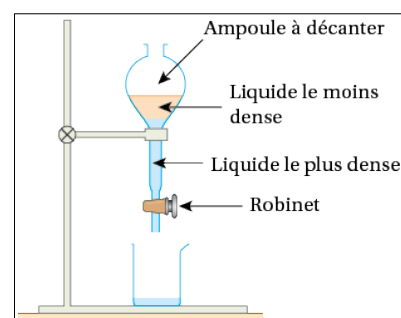
La présence de pierre ponce évite des ébullitions localisées, violentes et explosives et permet une homogénéisation douce.



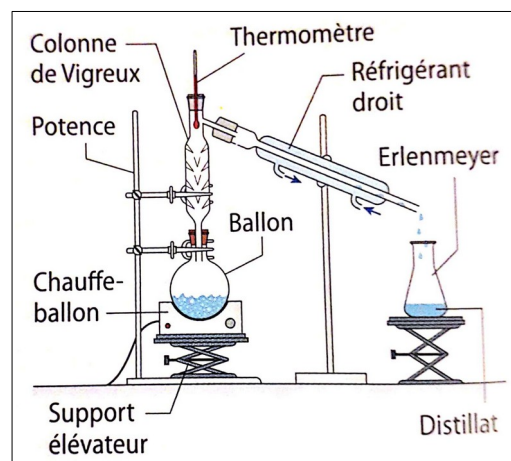
2. L'extraction

Une fois la transformation terminée, l'espèce chimique est mélangée dans le milieu réactionnel, il est donc nécessaire de l'extraire. Pour extraire on peut mettre en œuvre différentes techniques (distillation, extraction liquide-liquide, chromatographie sur colonne, filtration,...).

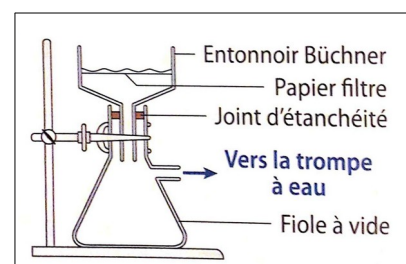
- Si l'espèce chimique à isoler est un liquide non-miscible avec le mélange réactionnel, on réalise une décantation.



- Si l'espèce chimique à isoler est un liquide miscible avec le mélange réactionnel, on peut réaliser une distillation fractionnée si la température d'ébullition de l'EC à isoler a au moins 20°C d'écart avec les autres EC présentes
- On peut aussi réaliser une extraction liquide-liquide par un solvant extracteur (revoir la technique de l'extraction du diiode dans l'eau par le cyclohexane vu cette année)



- Si l'espèce chimique à extraire est solide, on la sépare du mélange réactionnel grâce à une filtration sur Büchner sous pression réduite (plus efficace)



- Si l'espèce chimique à extraire est dissoute dans le milieu réactionnel, on peut modifier les conditions expérimentales pour que sa solubilité diminue et le faire cristalliser. On peut agir sur le pH, la température ou introduire une autre espèce chimique plus soluble (on parle de relargage).

3. La purification

Cette étape permet d'éliminer les impuretés contenues dans le produit brut. Pour purifier, on peut jouer sur différents paramètres :

- la différence de température d'ébullition lors d'une distillation fractionnée (voir plus haut)
- la différence de solubilité dans un solvant avec un lavage ou une recristallisation qui utilise le fait que le produit et les impuretés n'ont pas la même solubilité à chaud et à froid.
- Le fait que l'impureté soit l'eau, on réalise alors un séchage en étuve ou on introduit un produit anhydre qui absorbera l'eau.

4. Identification et caractérisation

L'espèce chimique isolée doit maintenant être identifiée par ses propriétés physico-chimiques (mesure de point de fusion avec un banc Köfler, du point d'ébullition, masse volumique, solubilité etc). On doit aussi vérifier sa pureté (chromatographie, spectroscopie IR)

II. Rendement d'une synthèse

Le rendement d'une synthèse est le rapport de la quantité de produit obtenu par la quantité de produit que l'on obtiendrait si la transformation était totale.

$$\eta = \frac{n_{\text{exp}}}{n_{\text{th}}}$$

Il peut aussi se calculer avec les masses. Ce nombre sans unité est compris entre 0 et 1.

La valeur de n_{th} s'obtient par un bilan de matière en considérant la réaction comme totale.

Au cours des différentes étapes de purification, un peu de produit est perdu, on peut minimiser ces pertes en manipulant avec précaution.