

LES TROIS ÉTAPES D'UNE SYNTHÈSE

1) Transformation

- Choix des paramètres expérimentaux :

@ température et durée de chauffage

chauffer permet d'atteindre plus vite l'état final, mieux dissoudre les réactifs et l'éventuel catalyseur dans le solvant. Attention, cela peut dégrader les EC.

@ Calculs des quantités de réactifs, de catalyseur, de solvants introduites.

Calcul des coûts des EC, étude de la dangerosité, voir B15.

@ Rq : si la réaction est catalysée par une enzyme, il faut un pH et une température adaptés à l'enzyme.

- Le montage :

@ chauffage à reflux : doc 1 ci-dessous à compléter

pour chauffer ou porter à ébullition le mélange réactionnel ; il évite les pertes de matière lors de la chauffe grâce au réfrigérant.

@ micro-onde : C'est au cours des années 1975 que les fours micro-ondes domestiques sont apparus dans les laboratoires. Ce n'est que depuis le milieu des années 1980 que le four à micro-ondes s'est révélé être un bon équipement pour réaliser des synthèses organiques, remplaçant le célèbre « reflux ». Un chauffage au cœur de la matière assurant un gain de temps considérable (les synthèses se font en quelques minutes !) ainsi que l'augmentation de la sélectivité et du rendement d'un grand nombre de réactions ont fait que l'intérêt pour cette technique s'est très vite développée.

Il permet donc de s'affranchir de travailler avec des réactifs agressifs, et donc toxiques, et de réaliser les synthèses dans des conditions beaucoup plus douces dans des solvants moins toxiques ou sans solvant du tout quand cela est possible.

Cette nouvelle approche de la synthèse chimique porte le nom de « chimie verte », nouvelle dynamique animant nombre de laboratoires et cherchant à développer la chimie en respectant au mieux l'environnement.

2) Traitement

A la fin de la transformation, le milieu réactionnel contient une ou plusieurs espèces chimiques indésirables en plus du produit d'intérêt : il faut isoler ce produit d'intérêt.

@ Si le produit d'intérêt a précipité (forme solide), on réalise :

filtration, lavage et essorage sur filtre Büchner (doc 2 ci-dessous).

Puis pour finir : séchage à l'étuve.

@ Si le produit d'intérêt est en solution, on réalise une extraction (ampoule à décanter) puis d'autres opérations ... voir p 488 et exercice "anti-inflammatoire".

3) Identification Et Purification

a) Techniques d'identification p 490 (en bas)

@ on réalise des expériences pour comparer les propriétés du produit obtenu à celles connues du produit d'intérêt attendu.

@ on peut aussi comparer les spectres ...

b) Techniques de purification

Si les comparaisons précédentes indiquent que le produit d'intérêt présente des traces d'impuretés :

@ si le produit d'intérêt est solide, on réalise une recristallisation

@ si le produit d'intérêt est liquide, on réalise une distillation qui permet de le rendre pur.

RENDEMENT

A la fin, la masse maximale de produit attendue n'est jamais obtenue à cause des pertes dues aux traitements, à l'existence de réactions parasites et à l'existence de réactions non totales.

Le rendement d'une synthèse est :

$$R = m \text{ obtenue} / m \text{ maximale} \quad \text{qui peut être exprimé en \%}$$

La masse obtenue est déterminée par pesée, la masse maximale est la masse de produit calculée en considérant la transformation totale.

C'est l'indicateur de l'efficacité d'une synthèse. L'objectif est d'optimiser les paramètres expérimentaux pour que R approche 100 %.

- A la fin de la synthèse, la masse de paracétamol obtenue est de g : calculer le rendement de la synthèse.

