

Chapitre 6

Stratégie de la synthèse organique

Compétences exigibles

- ▶ Effectuer une analyse critique de protocoles expérimentaux. Justifier le choix des techniques de synthèse et d'analyse utilisées.
- ▶ Comparer les avantages et les inconvénients de plusieurs protocoles. Rendement, Sécurité , coûts.
- ▶ Isomérisation de constitution
- ▶ Polymères

Une réaction en chimie organique se déroule en quatre étapes :

- **Transformation** : Synthèse de la molécule cible à partir de réactifs
- **Séparation** : Extraction du produit cible du mélange réactionnel
 - Par filtration (produit solide)
 - Par extraction liquide-liquide (produit liquide)
- **Purification** : Élimination des impuretés présentes
 - Par recristallisation à froid ou par distillation
- **Identification** : Vérification de la nature de l'espèce synthétisée
 - Par chromatographie sur couche mince (CCM)
 - Par spectroscopie infrarouge
 - Par la mesure de température de fusion



Banc Köfler

Température de fusion

$$R = \frac{n_{\text{obtenu}}}{n_{\text{théorique}}}$$

$$R_{\text{tot}} = R_{\text{étape1}} \times R_{\text{étape2}} \dots \times R_{\text{étapen}}$$

Transformation



Montage à reflux

Réfractométrie

Chromatographie

Spectres IR et RMN

Analyser

Calculer le rendement

Stratégie de synthèse en chimie organique

Prévoir

Réactif ?

Solvant ?

Température ? Durée ?

Catalyseur ?

Coût ?

Sécurité ?

Faire Réagir

Type de montage ?



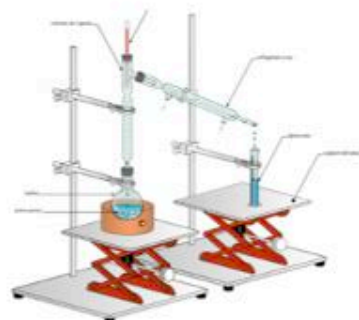
Ampoule à décanter

Purifier le produit

Recristallisation

Élimination du solvant

Distillation



Distillation fractionnée

Isoler le produit brut

Extraction liquide-liquide

Lavage de phase organique

Relavage

Filtration sous pression réduite



Filtration Büchner



Évaporateur rotatif



Étuve



Dessiccateur

Synthèse : montage chauffage à reflux





Banc Köfler

Température de fusion

$$R = \frac{n_{\text{obtenu}}}{n_{\text{théorique}}}$$

$$R_{\text{tot}} = R_{\text{étape1}} \times R_{\text{étape2}} \dots \times R_{\text{étapen}}$$

Réfractométrie

Chromatographie

Spectres IR et RMN



Evaporateur rotatif

Analyser

Calculer le rendement

Stratégie de synthèse en chimie organique

Prévoir

Réactif ?

Solvant ?

Température ? Durée ?

Catalyseur ?

Coût ?

Sécurité ?

Faire Réagir

Type de montage ?



Montage à reflux

Recristallisation

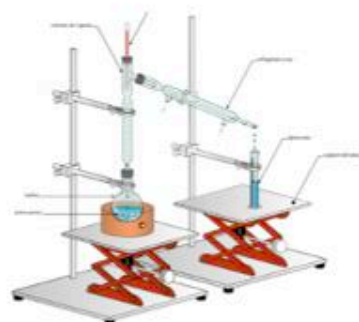
Purifier le produit

Elimination du solvant

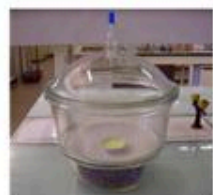


Etuve

Distillation



Distillation fractionnée



Dessiccateur

Isoler le produit brut

Extraction liquide-liquide

Lavage de phase organique

Relavage

Filtration sous pression réduite



Ampoule à décanter



Filtration Büchner

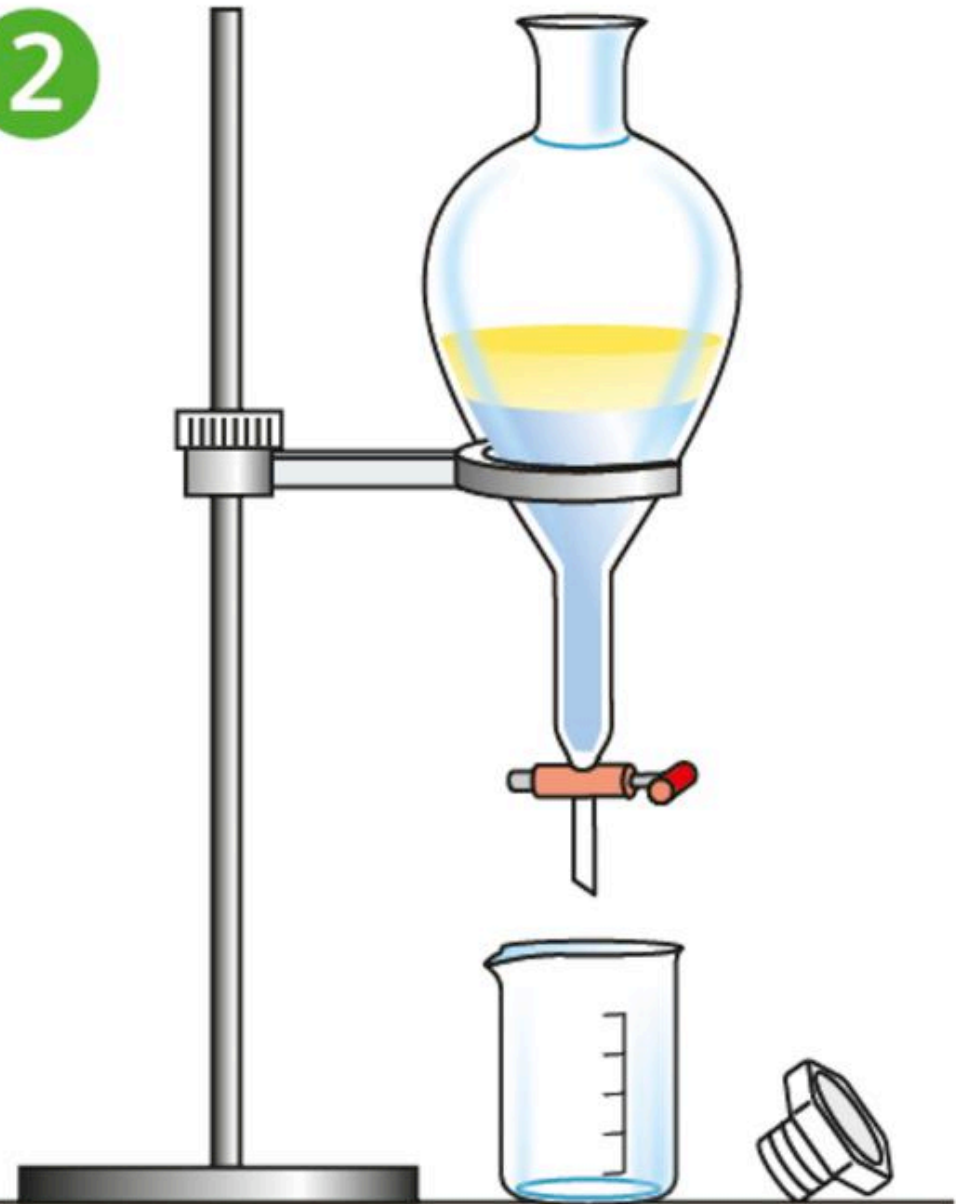
Isoler produit d'intérêt

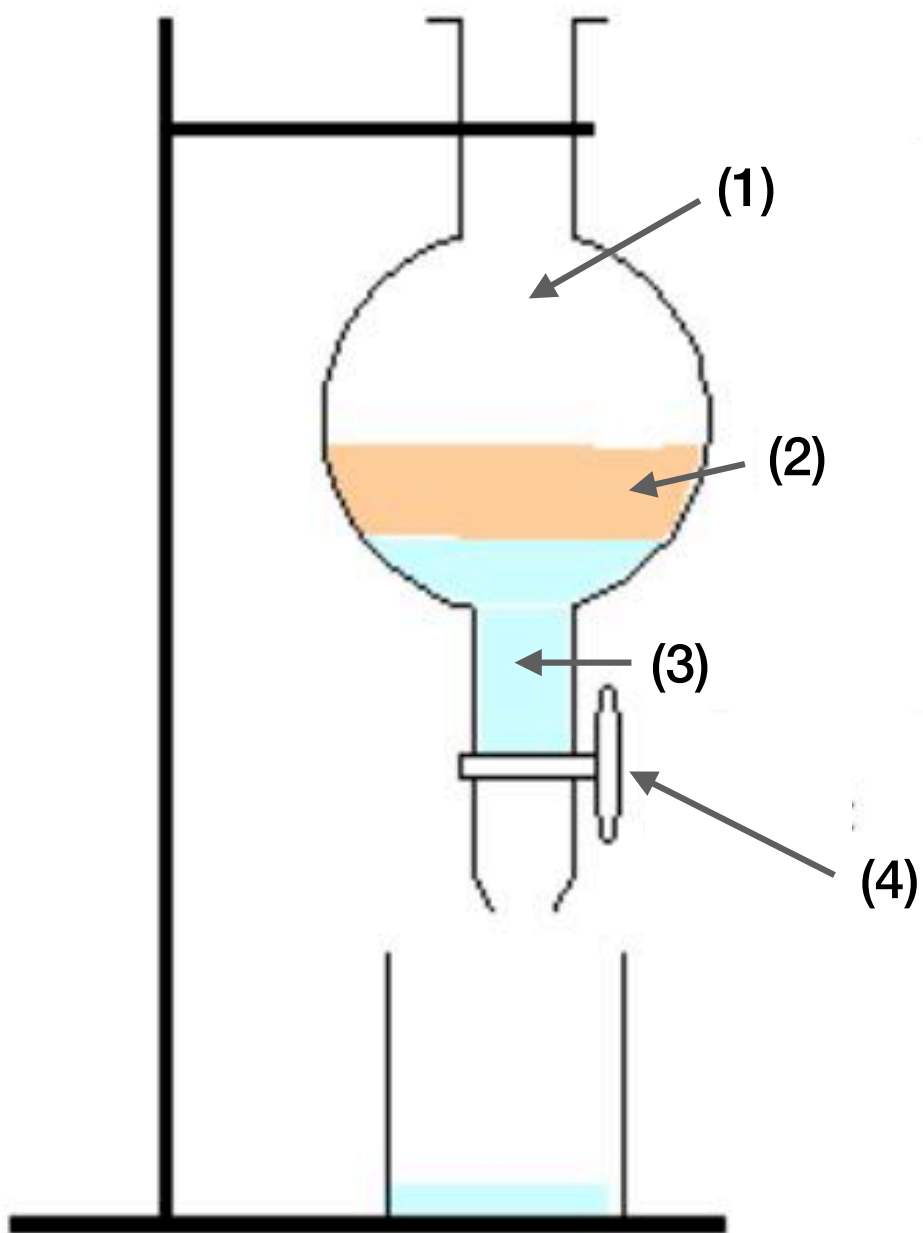
Séparation : montage extraction liquide - liquide avec une ampoule à décanter

1



2

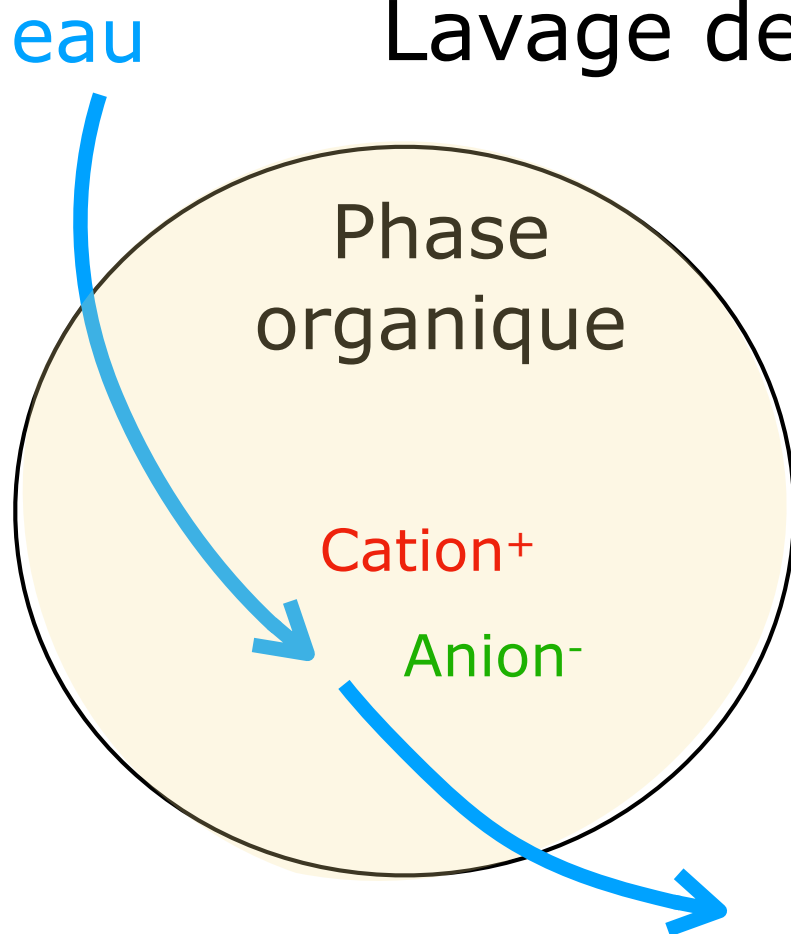




Ampoule à décanter.
Liquide le moins dense.
(souvent la phase organique)

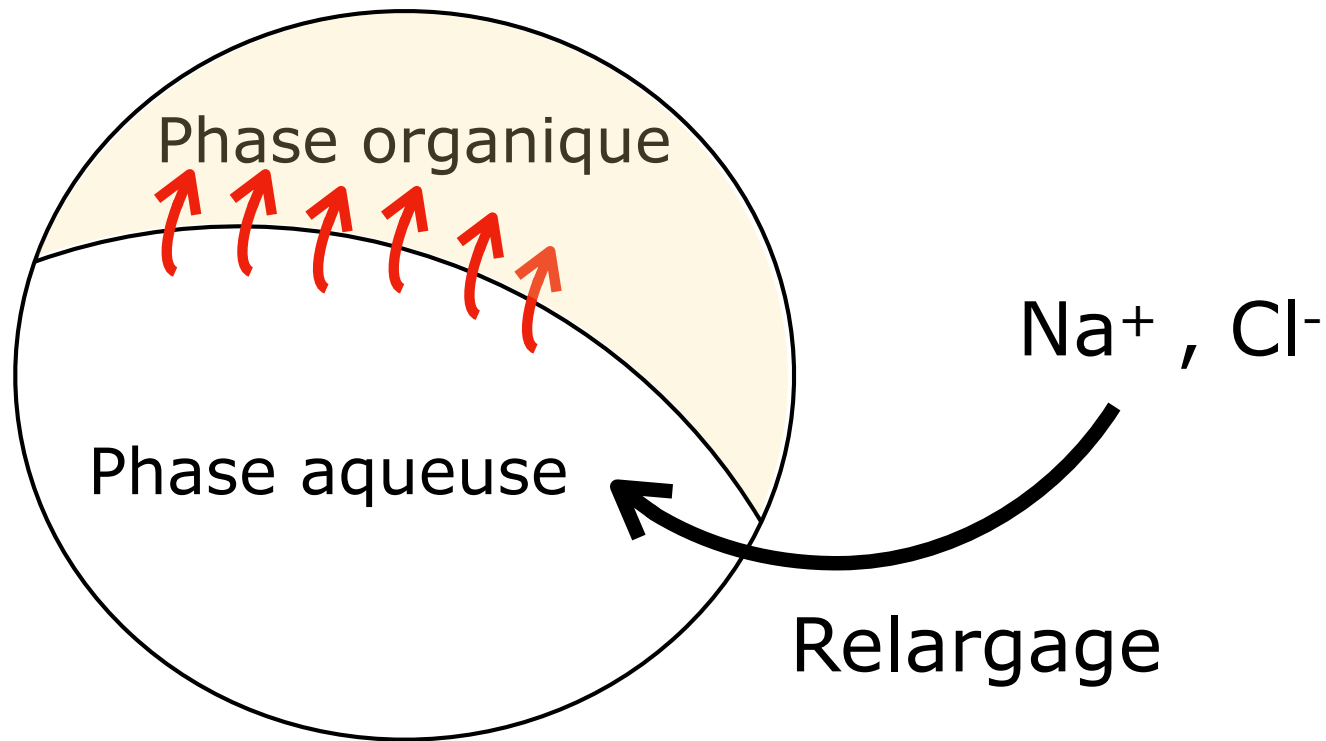
Liquide le plus dense.
(souvent la phase aqueuse)

Lavage de phase organique



Le lavage d'une phase organique consiste à éliminer les impuretés provenant du mélange réactionnel : Un lavage à l'eau permet l'élimination des impuretés polaires solubles dans l'eau telles que les ions (minéraux ou organiques) et les composés polaires de faible masse molaire.

Relargage

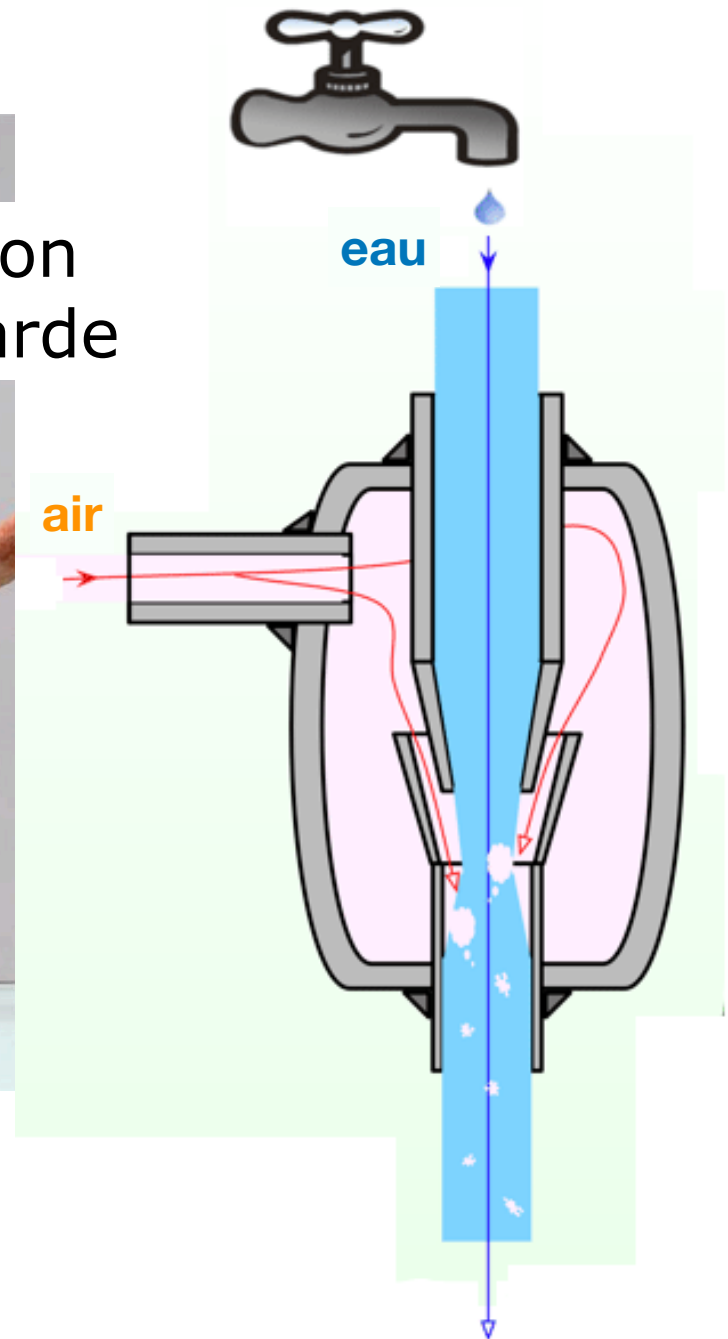
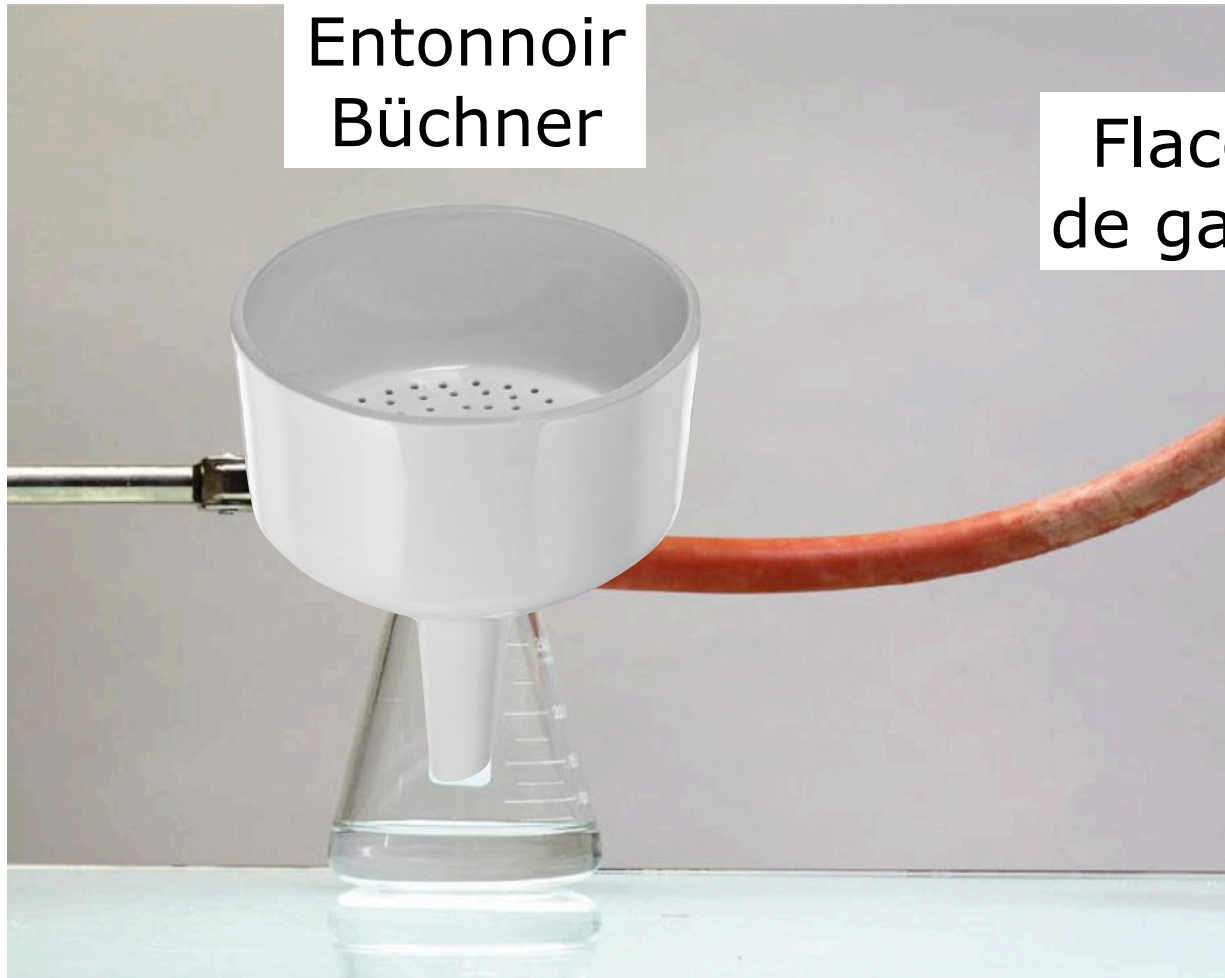


Le relargage est une technique qui consiste à séparer une substance en solution de son solvant en introduisant une autre substance plus soluble qui prend sa place.

Séparation : montage de filtration sous vide (sur Büchner)

Entonnoir
Büchner

Flacon
de garde





Banc Köfler

Température de fusion

$$R = \frac{n_{\text{obtenu}}}{n_{\text{théorique}}}$$

$$R_{\text{tot}} = R_{\text{étape1}} \times R_{\text{étape2}} \dots \times R_{\text{étapen}}$$

Réfractométrie

Chromatographie

Spectres IR et RMN

Analyser

Calculer le rendement

Stratégie de synthèse en chimie organique

Prévoir

Réactif ?

Solvant ?

Température ? Durée ?

Catalyseur ?

Coût ?

Sécurité ?

Faire Réagir

Type de montage ?



Montage à reflux



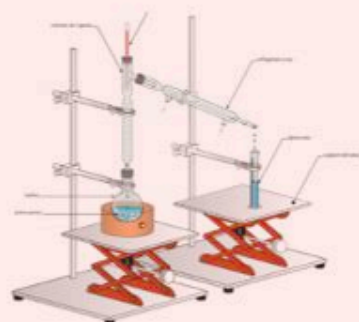
Ampoule à décanter

Purifier le produit

Recristallisation

Elimination du solvant

Distillation



Distillation fractionnée

Isoler le produit brut

Extraction liquide-liquide

Lavage de phase organique

Relartage

Filtration sous pression réduit



Filtration Büchner

Purification



Evaporateur rotatif

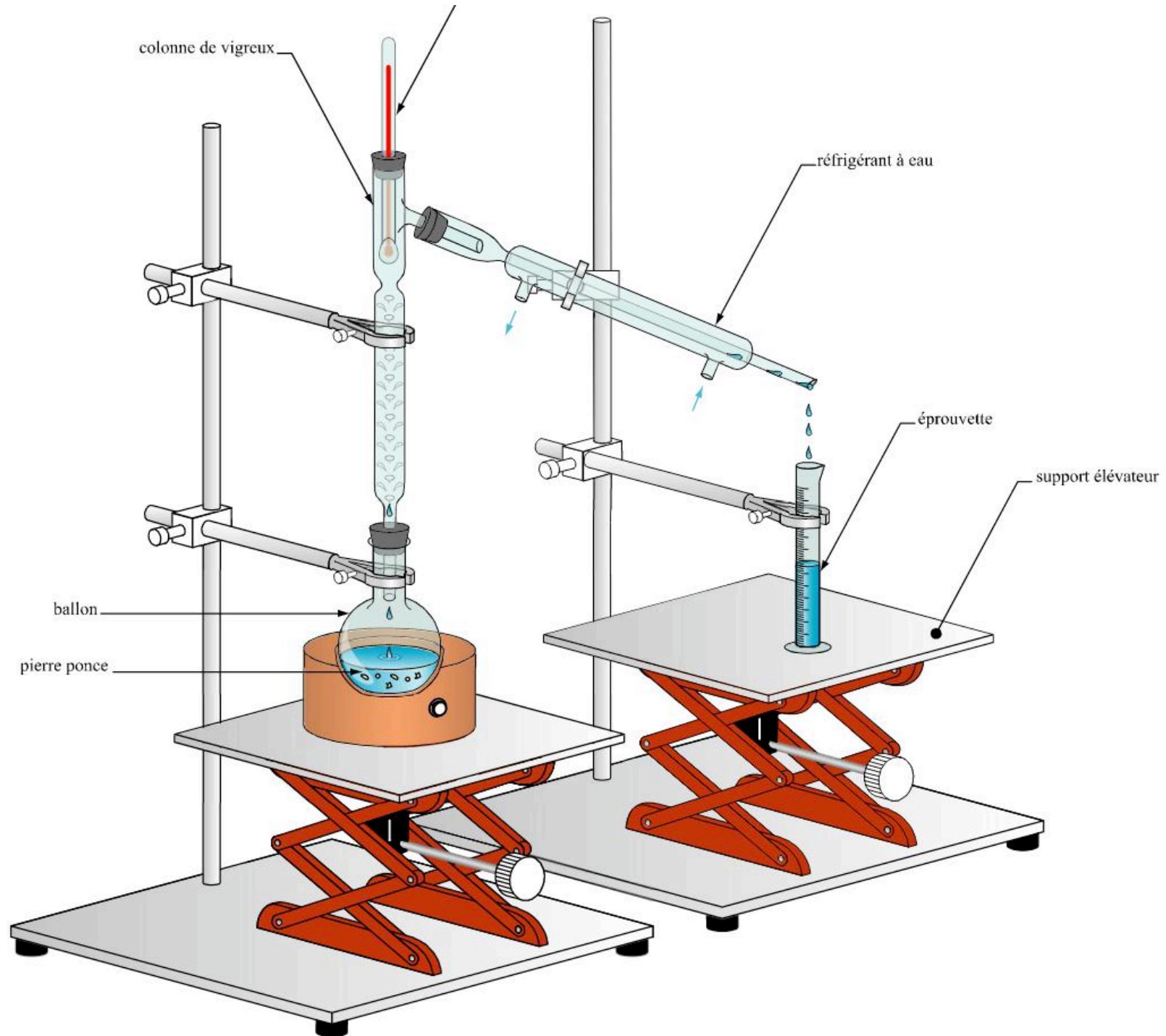


Etuve



Dessiccateur

Séparation : montage distillation fractionnée



Purification : appareils pour « sécher » un solide



Une étuve



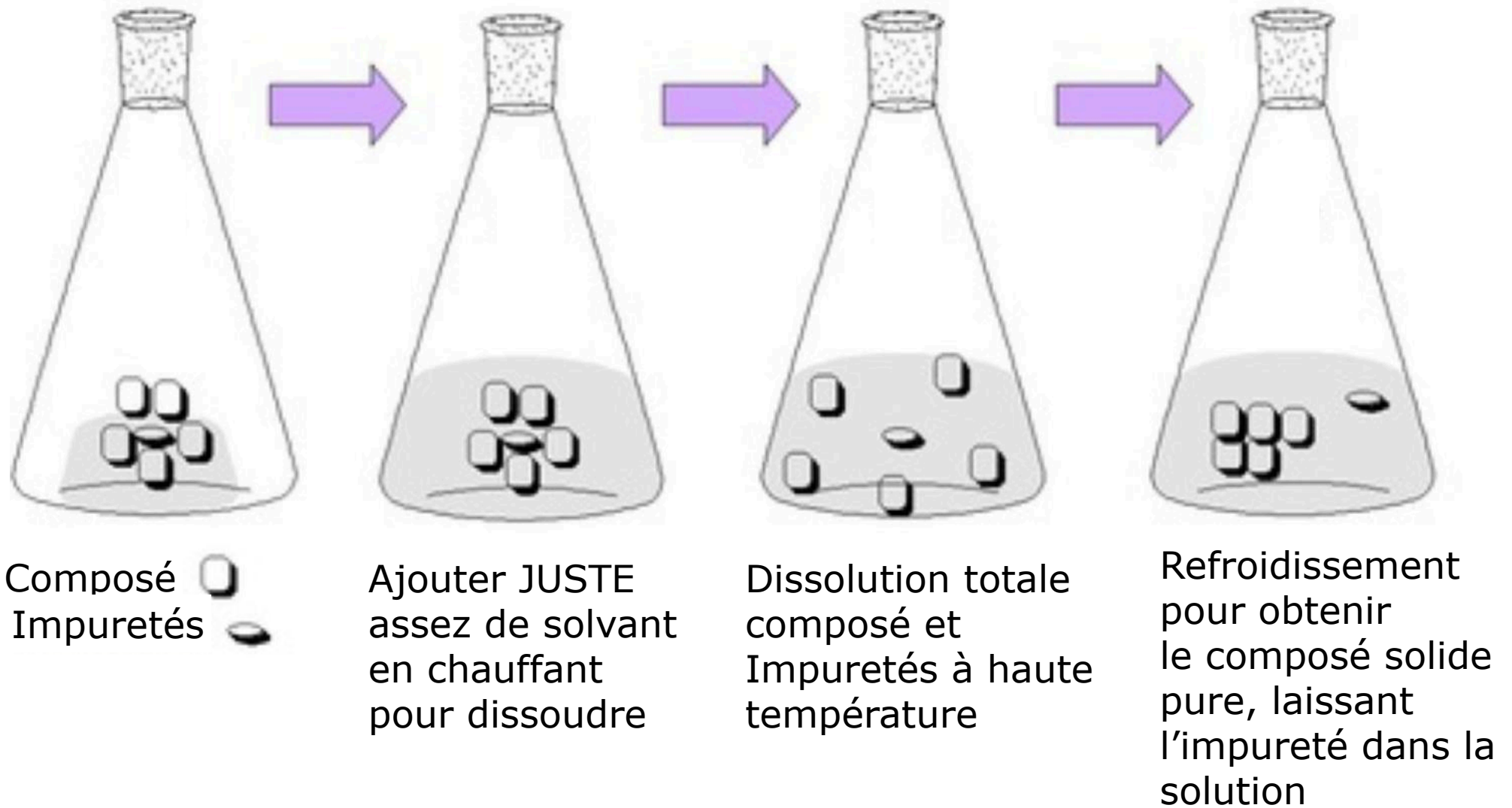
Un dessiccateur

Purification : Elimination du solvant



Un évaporateur rotatif

Purification : Recristallisation



Purification : Recristallisation

La recristallisation consiste à purifier un solide en exploitant la différence de solubilité avec la température.

1. Dissolution à chaud

Le solide impur est dissous dans un solvant approprié porté à chaud. À haute température, le composé recherché est bien soluble.

2. Refroidissement de la solution

En refroidissant lentement, la solubilité du composé diminue : il recristallise progressivement, tandis que les impuretés solubles restent dissoutes dans le solvant.

3. Récupération des cristaux par filtration

Les cristaux formés sont récupérés par filtration, puis séchés. Ils sont plus purs que le solide initial.

Analyser



Banc Köfler

Température de fusion

Réfractométrie

Chromatographie

Spectres IR et RMN

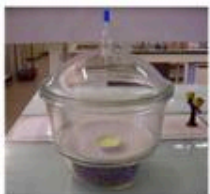
Analyser



Evaporateur rotatif



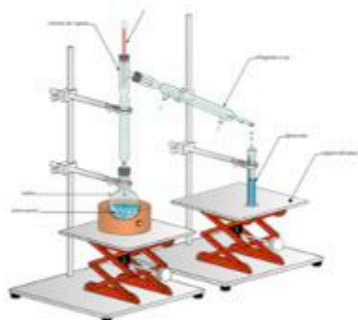
Etuve



Dessiccateur

Recristallisation

Elimination du solvant



Distillation fractionnée

Calculer le rendement

$$R = \frac{n_{\text{obtenu}}}{n_{\text{théorique}}}$$

$$R_{\text{tot}} = R_{\text{étape1}} \times R_{\text{étape2}} \dots \times R_{\text{étapen}}$$

Stratégie de synthèse en chimie organique

Prévoir

Réactif ?

Solvant ?

Température ? Durée ?

Catalyseur ?

Coût ?

Sécurité ?

Faire Réagir

Type de montage ?



Montage à reflux



Ampoule à décanter

Extraction liquide-liquide

Isoler le produit brut

Lavage de phase organique

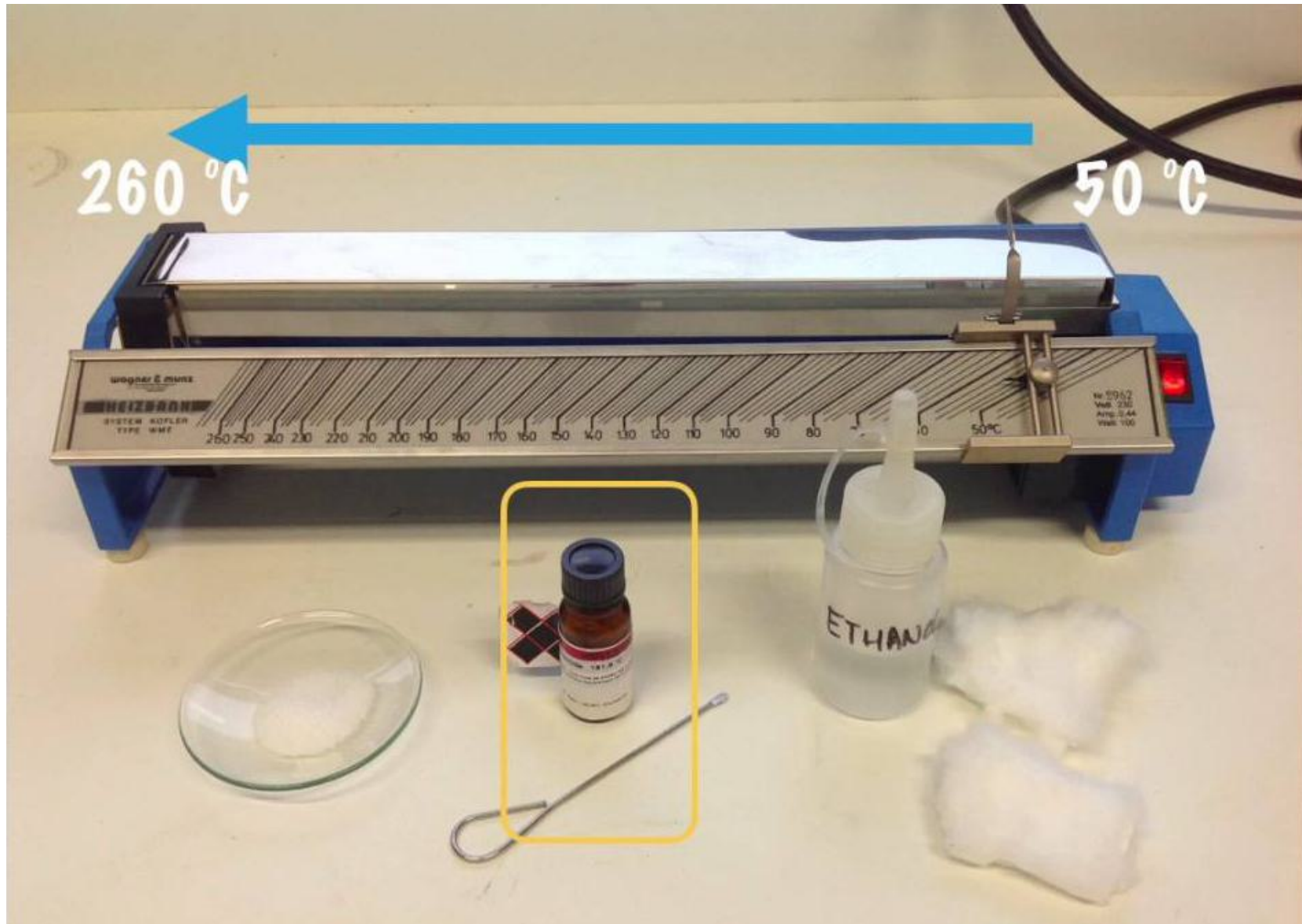
Relartage

Filtration sous pression réduit



Filtration Büchner

Analyse : Appareil de mesure de température de fusion



Un banc Köfler

Analyse : Appareil de mesure d'indice de réfraction



Réfractomètre
de laboratoire



Réfractomètre de poche