

Physique Chimie



Je travaille seul en silence.

J'aide ou je suis aidé,
seul mon voisin m'entend.Je travaille en équipe sans
déranger personne.

1. Découvrir

Je consulte les ressources :

- Capsule
- Ressources à découvrir sur le site
<http://physchileborgne.free.fr>
- Activité du livre

**Je mets en pratique :**

- TP :



2. S'exercer

Je m'entraîne en réalisant les exercices :

Noter les exercices à faire

**Je m'entraîne en ligne :**

- Quiz :



3. Mémoriser

Je mémorise :

- Utiliser les cartes mentales (sur papier, à l'aide de FreeMind ou SimpleMindFree)
- Utiliser les fiches de cours.



Recommencer souvent en espaçant les séances pour une mémorisation à long terme.

4. Se tester

Je vérifie que je maîtrise les objectifs du chapitre :

- 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 légènder.

**J'ai réalisé :**

- Un compte rendu de TP
- Une rédaction complète d'exercice
- Un calcul
- Une carte mentale
- Un résumé de cours
- Des exercices du devoir surveillé de la session précédente

1. Etapes d'un protocole

Une synthèse au laboratoire de chimie organique se déroule en trois temps :

- 1) **la réaction de synthèse**
- 2) **la séparation et la purification des produits**
- 3) **l'analyse**

1) La réaction de synthèse

C'est l'étape où la réaction chimique a lieu.

Son équation chimique pourrait être, par exemple, $A + B \rightarrow 2P + Q$

Très généralement, l'un des réactifs, A, est un composé organique de haute valeur ajoutée. B est souvent un réactif de moindre valeur, organique ou minéral, introduit en excès plus ou moins large, afin qu'il ne soit pas limitant.

A et B sont souvent dissouts dans un solvant, introduits dans un montage adapté (montage à reflux par exemple), portés à la température requise et on laisse la réaction se dérouler (typiquement de quelques minutes à plusieurs heures...).

2) La séparation et la purification des produits

Elle consiste à isoler le ou les produits que l'on a synthétisés.

Dans notre exemple, le produit organique intéressant est noté P.

En fin de réaction, il faut l'isoler du A qui n'aurait pas réagi, de l'excès de B, des sous-produits Q, des éventuelles impuretés dues à des réactions indésirables... et éliminer le solvant.

Pour cela, de nombreuses techniques sont employées :

on utilise selon les cas l'extraction liquide/liquide,

la filtration (souvent sous vide sur büchner), l'évaporation du solvant grâce à l'évaporateur rotatif...

Après cette séparation, une purification supplémentaire peut être nécessaire.

Si P est un liquide, on peut procéder à une distillation ; si c'est un solide, à une recristallisation...

3) L'analyse

L'analyse a pour but de répondre à deux questions : Quoi ? Combien ?

Quoi ?

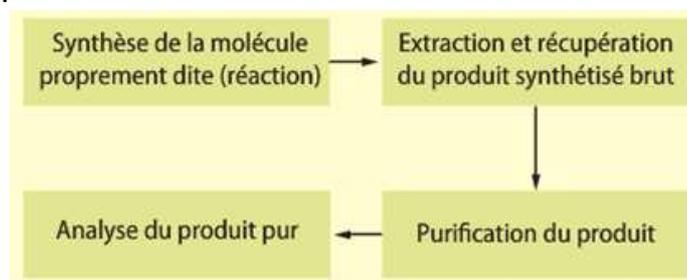
Il faut s'assurer que le produit que l'on obtient est bien le produit attendu et qu'il est pur.

Pour vérifier la pureté d'un produit, on peut mesurer son point de fusion si c'est un solide, son indice de réfraction si c'est un liquide, et comparer les résultats aux données de la littérature.

Par ailleurs, l'analyse spectroscopique (UV-Visible, IR, RMN...) est un outil puissant pour établir la structure d'un produit.

Combien ?

En utilisant une balance de précision, on détermine la quantité de produit isolé. On peut alors calculer le rendement de la synthèse.



2. Rendement d'une synthèse

Rendement

On appelle rendement de la synthèse le rapport entre la quantité de P effectivement obtenue n_P et la quantité maximale théorique n_{MAX} :

$$\rho = \frac{n_P}{n_{max}}$$

N.B. $0 \leq \rho \leq 1$, mais on le multiplie en général par 100 pour donner le résultat sous forme d'un pourcentage.

Dans l'exemple ci-dessus ($A + B \rightarrow 2P + Q$) :

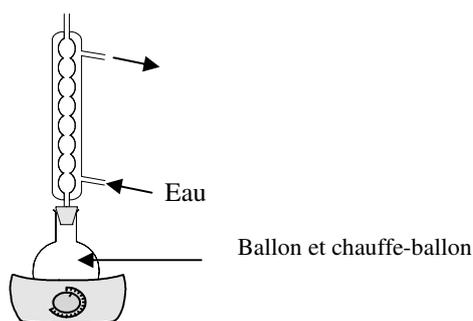
$$\rho = \frac{n_P}{2n_0}$$

Quelques dispositifs expérimentaux

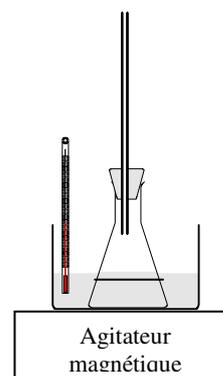
Les techniques mis en œuvre dépendent principalement des caractéristiques physico-chimiques des espèces chimiques présentes.

1. Le dispositif de chauffage à reflux

Il permet d'éviter les pertes de matière par évaporation, les vapeurs se condensent dans le réfrigérant



Montage à reflux avec réfrigérant à eau



Montage à reflux avec réfrigérant à air

2. Les extractions

Isoler du mélange réactionnel le produit brut.

Extraction liquide-liquide : on utilise une **ampoule à décanter**, extraire une espèce dissoute dans un mélange à l'aide d'un solvant extracteur.

La cristallisation : extraire une espèce solide dissoute dans un mélange. Par modification du pH ou de la température, on diminue la solubilité de l'espèce qui précipite. Sa récupération se fait à l'aide du **filtre Büchner**.

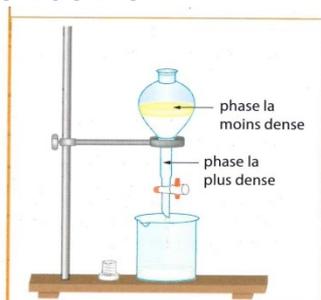


Fig. 3 Extraction dans une ampoule à décanter.



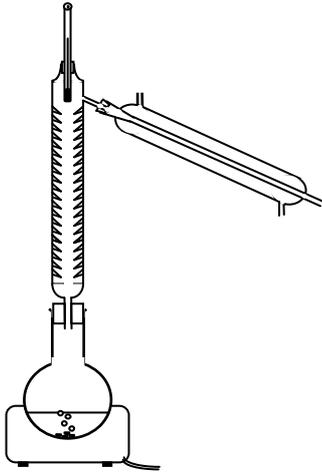
Fig. 4 Filtration sous vide.

3. La purification

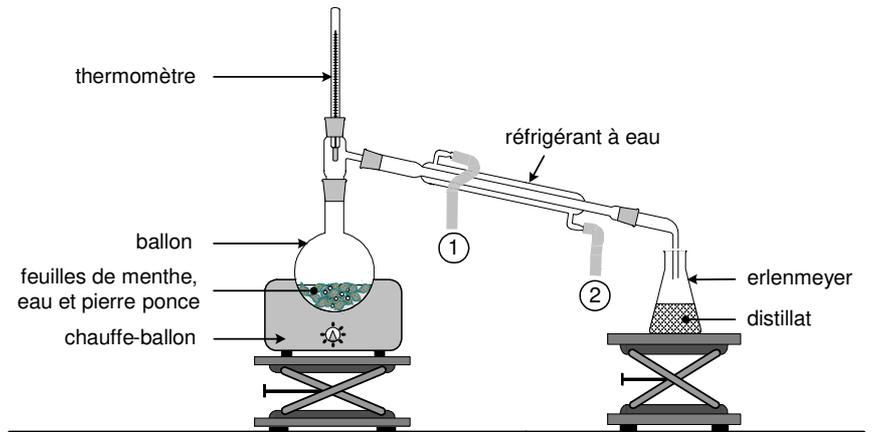
Éliminer les impuretés contenues dans le produit brut afin d'obtenir le produit de synthèse à l'état pur.

Distillation : extraire le produit d'un mélange homogène

Recristallisation : purifier le produit solide en le dissolvant dans un solvant, en refroidissant, le produit pur cristallise, les impuretés restent sous forme liquide dans le solvant.



Distillation fractionnée (colonne de Vigreux)



Distillations simple

4. Les méthodes d'analyse

Identifier l'espèce synthétisée et déterminer son degré de pureté.

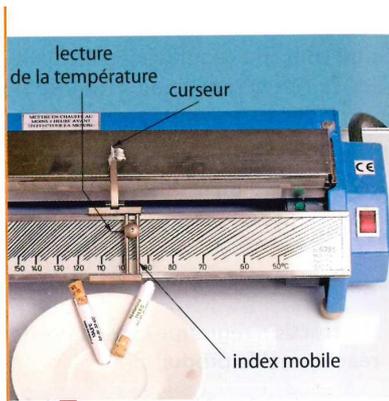
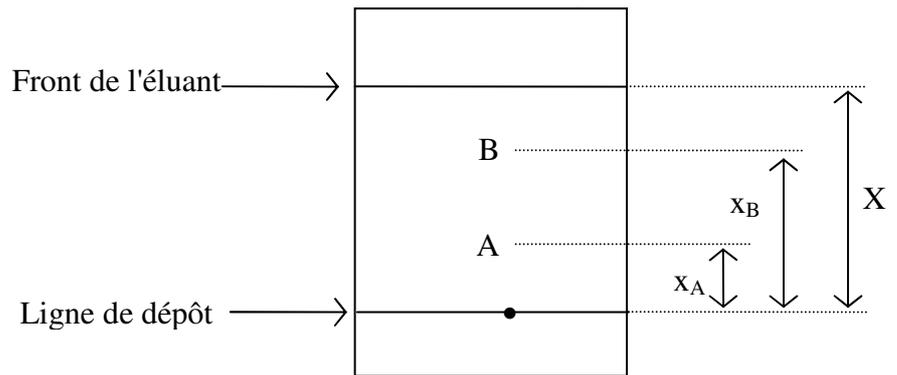
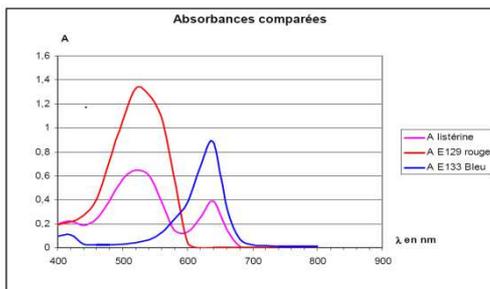


Fig. 6 Détermination d'une température de fusion à l'aide d'un banc Köfler.

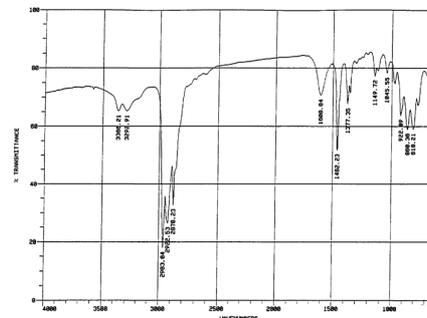
Température de fusion au banc Köfler



Identification par chromatographie sur couche mince CCM



Analyse spectroscopique UV



Analyse spectroscopique IR

C₅H₁₃N