



1

Les étapes d'une synthèse

A) Je connais les grandes étapes d'une synthèse

avant la manipulation :

- indique les différents réactifs, solvants et catalyseurs de la réaction ainsi que les **quantités introduites** (masse et/ou volume)
- un bref descriptif du « pourquoi » de la synthèse est en général donné

réaction : ce qui se passe dans le milieu réactionnel, équation de réaction

- décrit la mise en place du réacteur
- indique les **conditions de la réaction** qui sont des paramètres expérimentaux : température, agitation, durée par exemples

isolement :

- elle décrit la méthode de **récupération du produit brut**
- dépend de son **état physique**

purification :

- élimination des impuretés et récupération du produit pur
- dépend de son **état physique**

analyse :

- peut être réalisée juste après l'étape d'isolement pour contrôler une première fois la pureté
- calcul du **rendement** : une fois le solide **bien sec**, il faut le peser. A partir de la masse expérimentale, le rendement peut être calculé
- contrôler la **pureté** du produit : température de fusion, CCM et indice de réfraction
- caractériser** le produit : spectroscopie RMN, spectrophotoscopie UV-Vis et IR
- rendement** :
 - $\rho = \frac{m_{exp}}{m_{théorique}}$
 - $\rho = \frac{n_{exp}}{n_{théorique}}$

B) Je sais identifier le rôle des espèces dans la réaction

réactifs :

- au début du protocole
- introduits en **quantités précises**
- partiellement ou totalement (réactif limitant) consommés

solvant :

- introduit en excès par rapport aux autres espèces
 - doit bien solubiliser les autres espèces
 - permet de contrôler la température du milieu grâce à sa température d'ébullition
 - un solvant peut être un réactif
 - **catalyseur** :
 - introduit en faible quantité par rapport aux autres espèces
 - **accélère** la réaction
 - participe à la réaction mais est **régénéré** (n'est pas consommé au final)
 - **produit d'intérêt** :
 - produit que l'on veut **synthétiser**
 - **sous-produit** :
 - autre produit
-

C) Je sais identifier et utiliser les montages décrits

- **verrerie** de base : ballon, éprouvette graduée ou jaugée, fiole jaugée, pipette graduée ou jaugée, erlenmeyer et bécher
 - **montage à reflux** : chauffer le milieu sans perdre de solution par évaporation
 - **filtration sous pression réduite** sur entonnoir Büchner : isoler un solide
 - **extraction liquide-liquide** par ampoule à décanter : isoler un liquide
 - **montage de distillation** : purifier un liquide
-

2

Choix des techniques de synthèse

A) Je sais identifier et comparer les caractéristiques physico-chimiques des espèces

- **coût** des réactifs
 - **températures de changement d'état** :
 - température d'ébullition : passage de l'état liquide à l'état vapeur
 - température de fusion : passage de l'état solide à l'état liquide
 - **polarité** :
 - due à la différence d'électronégativité (capacité d'un atome à attirer les électrons) entre deux atomes liés par une liaison
 - indiquée par la lettre μ (en Debye) dans les fiches techniques
 - Plus μ est grand plus l'espèce est polaire.
 - **densité** :
 - $d = \frac{\rho_{\text{corps}}}{\rho_{\text{ref}}}$
 - avec $\rho_{\text{ref}} = \rho_{\text{eau}} = 1\,000\text{ kg/m}^3$
 - **couleur**
 - pictogrammes de **sécurité**
-

B) Je connais l'utilité des différents paramètres expérimentaux

- **chauffage** :
 - **rôle thermodynamique**
 - favorise l'agitation des molécules et donc la réaction
 - **pierre ponce** :
 - contrôle l'ébullition en libérant un flot de bulles régulier
 - **caractéristique du solvant** :
 - miscible avec les autres espèces
 - un solvant polaire solubilise des espèces polaires et inversement
 - rôle du **catalyseur** :
 - rôle cinétique
 - **accélère** la réaction
 - rôle du **pH** :
 - certaines réaction ne se font correctement qu'à *pH* acide ou basique
 - il est donc nécessaire de **contrôler le *pH* du milieu**
-

C) Je sais identifier la technique expérimentale adaptée à la situation

- solvant **volatil** et chauffage = montage à reflux
 - isolement d'un produit brut **solide** = filtration sous pression réduite
 - isolement d'un produit brut **liquide** = extraction liquide-liquide par ampoule à décanter
 - purification d'un **solide** = recristallisation
 - purification d'un **liquide** = distillation
-

D) Je connais le principe et l'utilisation des différentes méthodes d'analyse

- **température de fusion** sur banc Köfler :
 - contrôler la **pureté** d'un solide
 - mesure la température de fusion du solide par rapport à une température de fusion de référence
 - si elle est **plus basse** que celle attendue alors le solide est **impur**
- **température d'ébullition** en tête de colonne :
 - méthode applicable lors **d'une distillation fractionnée**
 - mesure la température des vapeurs en tête de colonne
 - si la température n'est pas égale à la température d'ébullition du liquide voulu alors la vapeur est un mélange d'espèces
- **indice de réfraction** :
 - méthode basée sur la déviation d'un laser par le produit liquide caractérisé par son **indice de réfraction** n .
 - à partir de la mesure des angles d'incidence et réfléchi, **la loi de Snell-Descartes** conduit à la mesure de l'indice de réfraction du produit
 - $n_1 \times \sin(i_1) = n_2 \times \sin(i_2)$
- **chromatographie sur couche mince** :

- méthode adaptée pour l'étude de produits solide ou liquide
- contrôle de **la pureté** du produit : le dépôt du produit ne doit donner qu'une seule tâche sur la plaque
- **caractérisation** du produit : par comparaison des tâches obtenues avec des espèces de référence (réactifs, produit sous forme commercial ...) et par calcul du **rapport frontal** caractéristique : $R_f = \frac{d_{\text{échantillon}}}{d_{\text{éluant}}}$
- spectroscopie **RMN** :
 - étude du déplacement chimique des protons liés aux atomes dans une molécule.
- spectrophotoscopie **IR** :
 - étude de l'énergie (de vibration) des liaisons entre atomes
- spectrophotoscopie **UV-Visible** :
 - méthode très adaptée à l'étude de produits **colorés**
 - contrôle de **la pureté** : le spectre obtenu doit correspond au produit seulement
 - pour un produit liquide : permet de déterminer la concentration du produit en utilisant **la loi de Beer-Lambert** à la longueur d'onde (nm) pour laquelle l'absorbance est maximum
 - $A = \epsilon \times l \times C$

3

La sélectivité en chimie organique

A) Connaître la stratégie de synthèse sélective

- réaction **sélective**/réactif chimiosélectif :
 - une réaction sélective met en jeu un réactif chimiosélectif qui réagit spécifiquement avec un groupe fonctionnel d'un autre réactif
- groupe **protecteur** :
 - protège spécifiquement un groupe fonctionnel d'une molécule
- groupe **activant** :
 - favorise la réaction spécifiquement sur un groupe fonctionnel d'une molécule
- **protection** → **réaction** → **déprotection**

B) Je sais appliquer les méthodes de synthèse sélective à la synthèse polypeptidique

- favoriser la formation des **liaisons peptidiques** en protégeant les autres fonctions des molécules