Synthèse organique : protocole et rendement

Fiche méthode

(Physique-chimie 1re spécialité · Constitution et transformations de la matière · Synthèses d'espèces chimiques organiques)

La démarche pour toute question sur une synthèse

1. Je découpe le protocole en quatre étapes : transformation, isolement, purification, analyse.

2. Je relève les données utiles : état physique, solubilités à chaud et à froid, miscibilité, densités, températures de changement d'état.

3. Je justifie chaque choix par une de ces données : « on filtre car le produit est solide et peu soluble dans l'eau froide ».

4. Je calcule le rendement : n des réactifs, x_{max}, n_{max} ou m_{max}, puis η = obtenu ÷ maximum.

Le réflexe — chaque opération d'un protocole a un but et une raison : la raison se lit toujours dans le tableau de données.

Cas 1 · Reconnaître les étapes d'un protocole

Réflexe — fabriquer = transformation ; séparer du mélange = isolement ; retirer des impuretés = purification ; contrôler = analyse.

Exemple. Classer : « filtrer sur Büchner les cristaux apparus dans la glace » ; « chauffer 40 min à reflux » ; « recristalliser dans l'éthanol » ; « réaliser une CCM ».

Reflux : transformation. Filtration des cristaux : isolement.

Recristallisation : purification. CCM : analyse.

Attention — une même technique peut isoler ou purifier : c'est son but dans le protocole qui décide.

Cas 2 · Choisir la technique d'isolement

Réflexe — solide → filtration sous vide ; liquide → ampoule à décanter ; solvant d'extraction non miscible à l'eau, qui dissout très bien le produit.

Exemple. Un produit P liquide est à extraire d'une phase aqueuse (d = 1,0). P est très soluble dans le toluène (d = 0,87) et dans le trichlorométhane (d = 1,48), tous deux non miscibles à l'eau. Où est la phase organique ?

Avec le toluène : 0,87 < 1,0, la phase organique est au-dessus.

Avec le trichlorométhane : 1,48 > 1,0, elle est en dessous.

Attention — la densité place les phases, pas le volume.

Cas 3 · Purifier et chiffrer les pertes

Réflexe — volume minimal de solvant chaud = masse ÷ solubilité à chaud ; masse perdue = solubilité à froid × volume.

Exemple. Un solide S est soluble à 120 $g \cdot L^{-1}$ dans l'éthanol bouillant et à 8 $g \cdot L^{-1}$ dans l'éthanol glacé. On recristallise 3,0 g de S brut.

V = 3,0 ÷ 120 = 0,025 L, soit 25 mL d'éthanol bouillant.

Restent dissous à froid : 8 × 0,025 = 0,20 g de S.

Attention — plus de solvant chaud = plus de produit perdu dans le filtrat.

Cas 4 · Exploiter une CCM et une température de fusion

Réflexe — R_f = tache ÷ front ; même R_f que la référence = même espèce ; fusion plus basse que les tables = impur.

Exemple. Front à 8,0 cm. Le produit donne deux taches, à 2,0 cm et 5,2 cm ; la référence pure, une tache à 5,2 cm.

$R_f = 2{,}0 \div 8{,}0 = 0{,}25$ et $5{,}2 \div 8{,}0 = 0{,}65$.

La tache à 0,65 est le produit attendu ; celle à 0,25 est une impureté.

Attention — on compare des R_f obtenus sur la même plaque, avec le même éluant.

Cas 5 · Calculer un rendement

Réflexe — $n = m \div M$ (ou $m = \rho \times V$ d'abord) ; x_{max} avec les nombres stœchiométriques ; $\eta = n_{obtenue} \div n_{max}$.

Exemple. Benzile : 2,12 g de benzoïne $C_{14}H_{12}O_2$ ($M = 212$ g·mol^{-1}), oxydant en excès ; une mole de benzoïne donne une mole de benzile $C_{14}H_{10}O_2$ ($M = 210$ g·mol^{-1}). On obtient 1,72 g.

$n = 2{,}12 \div 212 = 0{,}0100$ mol ; $m_{max} = 0{,}0100 \times 210 = 2{,}10$ g.

$\eta = 1{,}72 \div 2{,}10 \approx 0{,}819$, soit 81,9 %.

Attention — jamais « masse de produit ÷ masse de réactif ».

Les pièges

- Classer une opération d'après la technique au lieu de son but (distiller peut isoler ou purifier).
- Placer la phase organique au-dessus sans regarder la densité du solvant.
- Choisir un solvant d'extraction miscible à l'eau, comme l'éthanol ou la propanone.
- Comparer les quantités de réactifs sans les diviser par leurs nombres stœchiométriques.
- Accepter un rendement supérieur à 100 % : le produit est humide ou impur.

Ce document est la propriété intellectuelle de Ben, professeur particulier (benprofparticulier.fr), protégée par le Code de la propriété intellectuelle (art. L. 111-1 et L. 122-4). Il est mis à disposition pour un usage personnel de révision. Toute reproduction, diffusion, mise en ligne ou revente, totale ou partielle, sans autorisation écrite est interdite et constitue une contrefaçon (art. L. 335-2).