

LES PROTOCOLES DE SYNTHÈSE ORGANIQUE

I-LES PRÉPARATIONS ET CALCULS PRÉALABLES

Si l'on vous demande de rajouter une **quantité stœchiométrique** de A dans le ballon qui contient 1,5 moles de B, alors que A et B réagissent selon $A + 2B \rightarrow C$ alors cela veut dire qu'il faut mettre une quantité de A, telle que A et B soient dans les conditions stœchiométriques, soit ici 2 x plus de A que de B, ou 3 moles.

Si l'on vous demande de rajouter **3 équivalents** de A dans le ballon qui contient 1,5 moles de B, alors peu importe la stœchiométrie de la réaction : il faut ajouter 3 fois plus de A que de B, soit 4,5 moles.

Pour peser un produit solide, on utilise une balance au 10^{ème} de gramme. La masse est calculée à partir du nombre de moles nécessaire par :

$$m_{\text{nécessaire}} = n_{\text{nécessaire}} \times M_{\text{molaire}} \quad \text{masses en gramme}$$

Les produits liquides organiques sont purs dans leur phase...il n'y a donc pas de problème de concentration !!!

Pour prélever une quantité donnée d'un liquide, on utilise une éprouvette graduée (et pas de pipette, sauf volumes < 2 mL) . Le volume à prélever est calculé à partir du nombre de moles n nécessaire par :

$$V_{\text{ml}} = \frac{n \cdot M}{d} \quad \text{où } d \text{ est la densité du liquide et } M \text{ en } \text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

$$\text{Rappel : } d = \rho \text{ (g} \cdot \text{cm}^{-3}\text{)} = \frac{m_{\text{gramme}}}{V_{\text{mL}}}$$

La densité se trouve dans les tables ou SUR LE FLACON, comme la masse molaire

Lire le protocole en entier pour savoir s'il est nécessaire de tarer le ballon vide pour les besoins d'un calcul de rendement à la fin (très rare en début de protocole toutefois...)

II-MISE EN ROUTE DU PROTOCOLE

Un **chauffage sous reflux** consiste à mener une réaction, à l'ébullition du mélange, en système fermé, sous la pression atmosphérique. Pour ce faire, les vapeurs sont piégées et re-condensées par un **réfrigérant à boules** ou tube à reflux.

Le montage nécessaire comprend donc: ♦ 1)un élévateur

♦ 2)un chauffe ballon

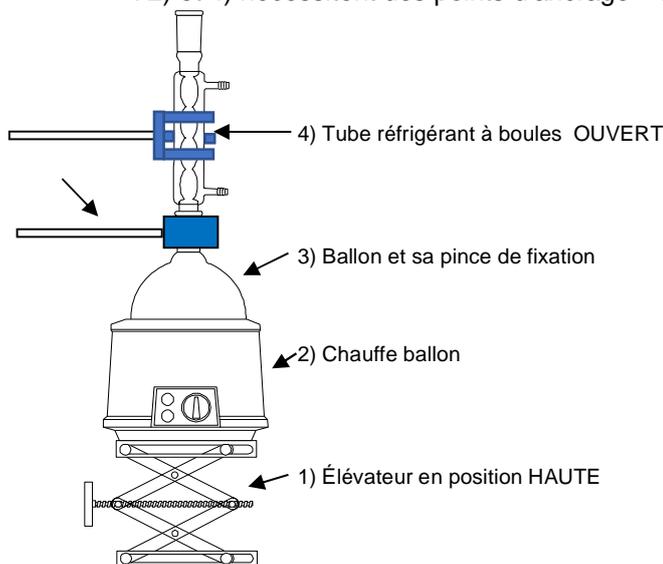
♦ 3)un ballon (avec éventuellement une ampoule de coulée)

♦ 4)un réfrigérant à boules (avec circulation d'eau froide)

♦ 2) et 4) nécessitent des points d'ancrage = fixation

Pince 3 doigts peu serrée, pour maintenir l'équilibre, sans forcer sur les rodages.

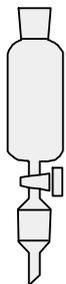
Pince plate **AU RAS du rebord du ballon**, permettant un contrôle de la température si nécessaire, en abaissant le chauffe ballon à volonté.



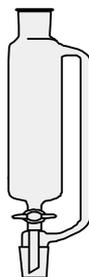
Pour verser un liquide , goutte à goutte, sous reflux (ou non, parfois...) , on utilise une ampoule de coulée ou une ampoule de coulée isobare aussi appelée ampoule à brome.

L'ampoule de coulée est réservée aux liquides non toxiques et non volatils, car la dépression engendrée par l'écoulement oblige à laisser le bouchon de l'ampoule ouvert.

L'ampoule à brome ou ampoule isobare possède un dispositif permettant, en système fermé, de maintenir la pression constante dans l'ampoule. Elle est donc utile pour les liquides toxiques ou (et) volatils (dibrome, ether, benzène...)



ampoule de coulée, écoulement OUVERT

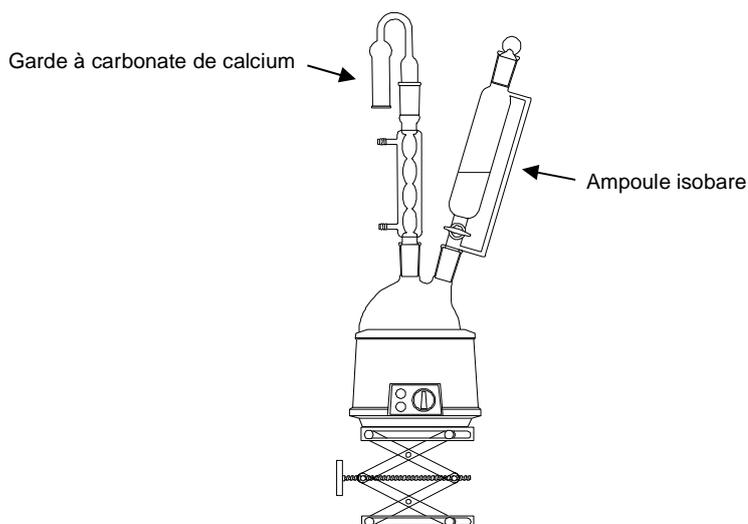


ampoule de coulée isobare, ou ampoule à brome, écoulement FERME

Pour travailler en atmosphère anhydre , ou exempte de CO₂ , on peut utiliser une garde à carbonate de calcium anhydre: c'est un tube OUVERT, qui contient des morceaux de carbonate de calcium, bloqués par une grille ou un "coton" poreux. Le reflux reste OUVERT.

Très soluble dans l'eau, le carbonate de calcium ADSORBE les molécules d'eau vapeur. De même, car il contient CO₃²⁻ , il fixe CO₂ gaz par réaction A/B , en présence de vapeur d'eau (Rappel : CO₂ + H₂O = H₂CO₃)

Ainsi, voici un montage sous reflux, avec garde à carbonate de calcium et ampoule à brome.



Si une réaction produit des gaz toxiques, il faut **les piéger à la sortie du reflux** pour les amener buller dans une solution qui peut les détruire. Tous les gaz acides seront ainsi mis à buller en solution fortement basique ou dans un bain d'eau renouvelé pour une élimination par réaction totale A/B. Le dichlore peut aussi être éliminé ainsi par effet de sa dismutation (réaction rédox) en milieu basique.