

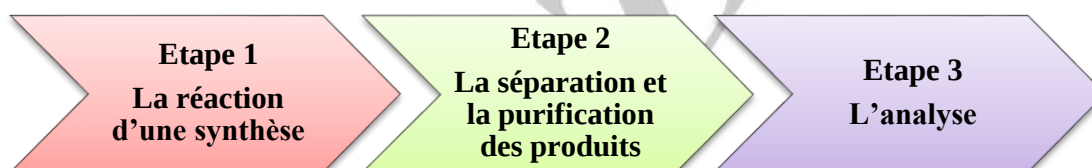
Compte rendu de TP en chimie organique

❖ Objectifs de la Synthèse Organique

1. Familiarisation avec la Synthèse Organique : Initier les étudiants à des techniques avancées lors des manipulations en laboratoire.
2. Réalisation de Synthèses Délicates : Effectuer des synthèses parfois complexes nécessitant une attention particulière.
3. Développement de la Réflexion Critique : Encourager les étudiants à réfléchir à travers des questions théoriques et pratiques intégrées dans le texte, facilitant ainsi l'évaluation de leurs connaissances. Les étudiants seront interrogés oralement sur leurs travaux en cours ou réalisés, devant démontrer leur capacité à atteindre un objectif de manière réfléchie. Chaque compte rendu devra inclure des réponses aux questions posées : mécanisme, poids, rendement, critères de pureté des produits synthétisés, ainsi que les schémas des montages principaux, sans inclure le mode opératoire.

I. Étapes d'une Synthèse Organique au Laboratoire

Une synthèse en chimie organique se déroule généralement en trois phases :



I.1) La réaction de synthèse

L'équation chimique peut être représentée comme suit : $A + B \rightarrow 2P + Q$

Cette étape implique :

- L'utilisation d'un solvant approprié.
- Un temps de réaction déterminé.
- Un contrôle de la température.

I.2) La Séparation et la Purification des Produits

Cette phase vise à isoler les produits synthétisés. Elle comprend :

- La séparation du produit formé des réactifs non réagis.
- L'élimination des produits secondaires et du solvant.

Les techniques utilisées incluent :

- Extraction liquide-liquide (décantation) pour les liquides.
- Filtration (souvent sous vide avec un Büchner) pour les solides.
- Évaporation (utilisation d'un évaporateur rotatif ou distillation) pour retirer le solvant.

I.3) Analyse et Identification des Produits

Cette étape répond à deux questions fondamentales : Quoi ? et Combien ?

- **Quoi?** Vérifier que le produit obtenu est celui attendu et qu'il est pur.
- **Combien ?** Utiliser une balance de précision pour déterminer la quantité de produit isolé, permettant ainsi le calcul du rendement.

Pour identifier un produit et **vérifier sa pureté**, on mesure :

- Le point de fusion pour les solides (P.F).
- L'indice de réfraction (nD) pour les liquides, en comparant les résultats aux données bibliographiques. Si possible, utiliser l'analyse spectroscopique (UV, IR, RMN) pour établir la structure du produit.

❖ Compte Rendu de TP en Chimie Organique

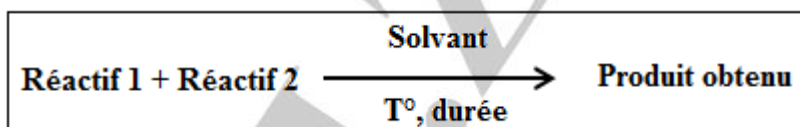
Pour rédiger un compte rendu structuré et scientifiquement valide, l'étudiant doit respecter certaines règles de présentation :

II. Introduction

Fournir un historique sur la molécule ou la réaction étudiée, ainsi que ses propriétés.

III. Mécanisme de la Réaction

Inclure l'équation bilan de chaque transformation étudiée, accompagnée d'un mécanisme détaillé.



IV. Résultats

Présenter les résultats obtenus, y compris :

1. Les mécanismes des réactions.
2. Le poids des produits synthétisés.
3. Le rendement de la synthèse.
4. Les critères de pureté des produits.

V. Tableau de données : (Tableau I.1)

	Réactif 1	Réactif 2	Produit
Formule brute			
Masse molaire			
Densité			
Volume			
Masse des réactifs			
Nombre de moles			
Points de fusion ou d'ébullition (expérimentaux et théoriques)			
Masse théorique du produit			
Masse expérimentale du produit (brut et purifié)			
Rendement (produit brut et purifié)			

Remarque : Ce tableau doit être préparé avant la séance de travaux pratiques (TP). L'étudiant doit indiquer les formules qu'il utilise pour effectuer ses calculs.

VI. Rendement d'une synthèse

Le rendement d'une synthèse correspond au rapport entre la quantité de matière du produit effectivement obtenue lors de l'expérience et la quantité de matière théorique calculée à partir des réactifs utilisés. Il est exprimé par la formule suivante :

VI. 1. Rendement et pertes en synthèse organique

Le rendement d'une synthèse chimique est presque toujours inférieur à 100 %, pour plusieurs raisons. Premièrement, des réactions secondaires peuvent se produire, consommant inutilement une partie des réactifs et générant des sous-produits non désirés. Deuxièmement, des pertes de matière surviennent inévitablement à chaque étape de manipulation, que ce soit lors de la séparation, la purification ou le séchage des produits. En conséquence, le rendement théorique n'est jamais totalement atteint.

N.B : Un rendement **inférieur à 100 %** est une caractéristique commune dans la majorité des synthèses organiques en laboratoire. Ce phénomène est dû à plusieurs facteurs, dont la formation de sous-produits et les pertes lors des étapes successives de traitement du produit.

$$\text{Rendement (\%)} = \frac{\text{Quantité de matière expérimentale obtenue}}{\text{Quantité de matière théorique attendue}} \times 100$$

$$\text{Rdt} = \frac{m_{\text{exp}}}{m_{\text{théo}}} \times 100 \text{ (\%)}$$

VII. Conclusion

Discuter des résultats obtenus et leur pertinence par rapport aux objectifs initiaux.

La synthèse organique est une compétence essentielle qui nécessite une compréhension approfondie des principes chimiques et des techniques pratiques. En suivant ces étapes et en rédigeant un compte rendu structuré, les étudiants peuvent non seulement acquérir des connaissances théoriques mais aussi développer leur capacité à mener des expériences complexes avec soin et précision.

VIII. Mode opératoire

L'étudiant doit détailler les différentes étapes qu'il a suivies pour réaliser la synthèse, en mentionnant les opérations spécifiques effectuées (reflux, changements de couleur, cristallisation, décantation, filtration, lavage, recristallisation, distillation, etc.).

- **Clarté et précision :** Il est essentiel que l'étudiant montre une compréhension complète du travail entrepris en laboratoire.
- **Explication autonome :** L'étudiant doit pouvoir expliquer clairement les manipulations réalisées sans recopier les instructions du recueil de TP. Le rapport doit être rédigé de

manière à permettre à quiconque, à la seule lecture du compte rendu, de reproduire l'expérience.

- **Usage des schémas** : Pour éviter les redites et faciliter la compréhension, il est recommandé de décrire certaines étapes par des schémas illustrant les montages expérimentaux ou les transformations chimiques.

VII. Questionnaire

L'étudiant doit répondre aux questions posées dans le recueil de TP en s'appuyant sur des ressources variées telles que les documents du cours, des ouvrages de référence en chimie organique, ainsi que des articles scientifiques accessibles en ligne.

Remarque : Il est recommandé que l'étudiant complète ce questionnaire avant la séance de TP, dans la mesure du possible, afin de bien se préparer pour la manipulation.

VIII. Conclusion

Dans la conclusion, l'étudiant doit résumer l'enseignement qu'il a retiré de l'expérience. Il peut évaluer son apprentissage en réfléchissant aux différentes étapes de la synthèse et à leur pertinence. Il est important de mettre en avant les compétences développées, comme la maîtrise des techniques de purification et d'analyse.

IX. Résultats

X. Préparation des TP

Afin de se préparer efficacement pour les travaux pratiques, l'étudiant doit suivre les étapes suivantes :

1. **Lire le TP** à préparer et analyser le mode opératoire en détail.
2. **Prendre connaissance des annexes** et documents complémentaires relatifs au TP.
3. **Rédiger individuellement** un résumé du TP sur une copie simple.
4. **Écrire les équations des réactions** chimiques impliquées dans la synthèse.
5. **Présenter sous forme de diagramme** les étapes successives de la synthèse et indiquer le but de chaque opération.
6. **Noter les quantités** de réactifs nécessaires (poids ou volume).
7. **Calculer le rendement** en déterminant quel réactif est en défaut (réactif limitant).

Important : Les étudiants peuvent être interrogés sur cette préparation par leur enseignant(e) lors de la séance de TP.

XI. Comptes rendus

Les comptes rendus doivent être rédigés dans **un cahier de laboratoire personnel** et doivent inclure les éléments suivants avant le début de l'expérimentation :

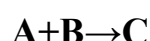
XI.1. Le but de l'expérience : Une brève explication des objectifs de la manipulation, ainsi que des résultats attendus.

L'importance de la préparation avant les TP et la rigueur dans la rédaction des comptes rendus sont essentielles pour garantir la reproductibilité scientifique et une meilleure compréhension des concepts théoriques sous-jacents.

XI.2. Résumé Théorique

Dans le cadre d'une synthèse chimique, il est essentiel de fournir un aperçu de la réaction envisagée en incluant une équation chimique équilibrée. Cette équation doit illustrer les réactifs et les produits, ainsi que leurs états physiques (solide, liquide, gazeux ou en solution). Il est important de mentionner les conditions opératoires (température, catalyseurs, solvants, etc.) qui influencent la réaction.

XI.3. Exemple d'équation chimique :



XI.4. Tableau des Caractéristiques Physiques

Il est recommandé de présenter un tableau récapitulatif des propriétés physiques des composés impliqués. Ces propriétés incluent, sans s'y limiter, la masse molaire, le point de fusion, le point d'ébullition, l'indice de réfraction (nD), et la solubilité dans différents solvants. Voici un modèle de tableau (Tableau I.2) :

Tableau I.2 : propriétés physiques des composés

Composé	Masse molaire (g/mol)	Point de fusion (°C)	Point d'ébullition (°C)	nD	Solubilité
A					
B					
C					
D					

XI.5. Pendant l'Expérimentation

XI.5.1. Observations :

- **Avant la réaction** : Notez la couleur, l'état physique, l'odeur, et toute autre caractéristique des réactifs.
- **Pendant la réaction** : Relevez les changements de température, la formation de précipités, les dégagements gazeux, les changements de couleur, etc.
- **Après la réaction** : Observez l'état final des produits et des sous-produits, si applicables.

XI.5.2. Recueil des données : Il est essentiel de noter soigneusement les quantités utilisées, les conditions opératoires et les observations qualitatives et quantitatives. Ces données doivent être répertoriées de manière claire et précise dans un cahier de laboratoire, en respectant la chronologie des événements.

XI.6. Après l'Expérimentation

1. **Schéma du Mode Opératoire** : Représentez le montage expérimental sous forme de schéma avec des légendes appropriées. Il est important de spécifier chaque pièce de verrerie et chaque étape clé du procédé.
2. **Calculs** : Incluez un exemple détaillé de calcul basé sur les données recueillies. Par exemple, le calcul du rendement réactionnel, ou la détermination de la concentration molaire du produit final.
3. **Résultats** : Présentez les résultats expérimentaux sous forme de tableaux et de graphiques lorsque nécessaire. Les résultats doivent être accompagnés de commentaires sur leur signification et leur concordance avec la théorie.

XII. Compte Rendu

Chaque étudiant devra remettre un compte rendu détaillé sur un cahier de laboratoire au plus tard 15 jours après la manipulation. Le compte rendu doit inclure une introduction théorique, les observations expérimentales, les résultats, les calculs, et une conclusion. Le respect de cette échéance est crucial.

❖ Notation

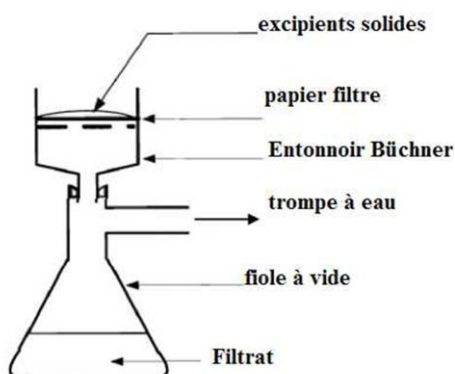
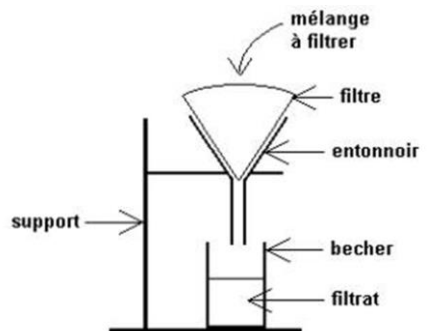
- **Préparation et Manipulation** : Une note individuelle sera attribuée à chaque étudiant pour sa préparation avant la séance et sa manipulation pendant l'expérimentation.
- **Compte rendus** : La qualité des comptes rendus sera évaluée en termes de précision, clarté, et rigueur scientifique.
- **Contrôle oral** : À la fin des séances de travaux pratiques (TP), un contrôle oral pourra être effectué pour évaluer la compréhension des manipulations réalisées.
- **Contrôle écrit** : Un examen écrit sera organisé à la fin des séances, en amphithéâtre, pour évaluer les connaissances théoriques et pratiques des étudiants.

❖ Rappel

Toute absence non justifiée à une séance de TP entraînera l'attribution d'une note de zéro pour la séance en question. Il est donc primordial de justifier toute absence avec des documents appropriés.

❖ Très Important

1. Les protocoles des travaux pratiques sont distribués à l'avance.
2. Les étudiants doivent les étudier attentivement et préparer leurs manipulations avant de venir au laboratoire.
3. Des tests peuvent être effectués pour évaluer le degré de préparation.
4. Il est attendu des étudiants qu'ils maîtrisent l'utilisation de la verrerie, les termes clés de chaque manipulation, ainsi que les techniques et montages utilisés.
5. Une bonne préparation est essentielle pour garantir la sécurité et l'efficacité des séances.

❖ Techniques spécifiques

LA FILTRATION

a)-Filtration simple

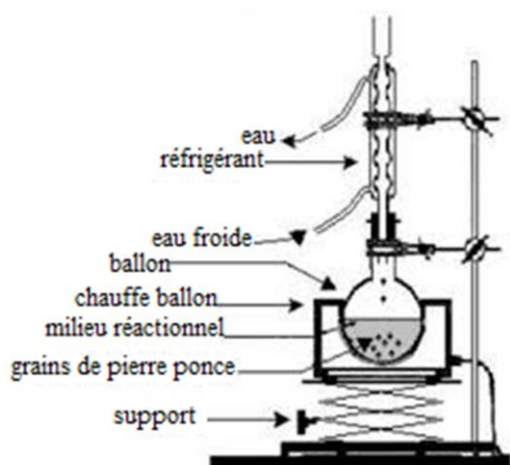
La filtration simple permet de séparer la phase solide de la phase liquide d'un mélange hétérogène. La phase solide (on l'appelle le résidu) reste sur le papier filtre.

b)-Filtration sur Büchner

La filtration sur Büchner permet aussi de séparer la phase solide de la phase liquide dans un mélange hétérogène.

Elle est en général utilisée lorsqu'on veut récupérer la phase solide.

MONTAGE A REFLUX

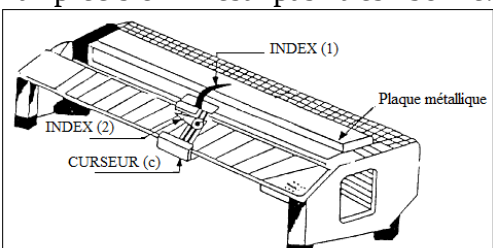


❖ Montage à reflux

Le reflux fait partie intégrante de la vie d'un chimiste puisqu'il permet de réaliser des réactions à température constante, plus ou moins élevée, sans perte ni du solvant ni des réactifs.

Quoi qu'il en soit, les vapeurs de solvant ne doivent jamais atteindre le milieu du réfrigérant. Si jamais ne cela arrive, on diminuera l'intensité du chauffage ou bien on descendra un peu le système de chauffage (intérêt du support élévateur).

But : identification d'un produit et caractérisation de sa pureté (Technique de mesure de **point de fusion** à l'aide de Banc de Köfler).

Appareils	Fonctionnement	Inconvénients et photos
Banc de Köfler	Il s'agit d'une plaque qui est chauffée à l'aide de résistances fournissant un gradient de température de 50 à 250°C. On dépose alors une pointe de spatule de produit que l'on déplace le long du banc à l'aide de la spatule. On visualise ensuite la fonte du composé et on note la température à l'aide d'une graduation.	La précision n'est pas très bonne. 

Références Bibliographiques :

- Atkins, P. W., & de Paula, J. (2017). *Physical Chemistry* (10th ed.). Oxford University Press.
- Brown, T. L., LeMay, H. E., Bursten, B. E., & Murphy, C. J. (2018). *Chimie générale : la nature des réactions chimiques* (14e éd.). Pearson Education.
- Damasio, A. R. (2008). *Spinoza avait raison : joie et tristesse, le cerveau des émotions*. Odile Jacob.
- Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S., Engel, R.G. (2005). *Introduction to Organic Laboratory Techniques*, Brooks/Cole.
- Vial, M., & Hugon, M.-A. (2019). *Le style bibliographique APA : citations et références bibliographiques*. ETSUP.
- Wade, L.G. (2016). *Organic Chemistry*, Pearson. *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*, 5th edition, Prentice Hall. (1996).