

Principales techniques expérimentales utilisées en synthèse

Chauffage à reflux

- Une élévation de température accélérant une réaction, le chauffage à reflux a un double but :
 - permettre au mélange réactionnel d'évoluer avec la plus grande vitesse possible en le portant à la température la plus élevée possible, celle de son ébullition ;
 - recondenser les vapeurs afin d'éviter toute perte de réactifs et de produits.

Séchage d'une phase organique liquide

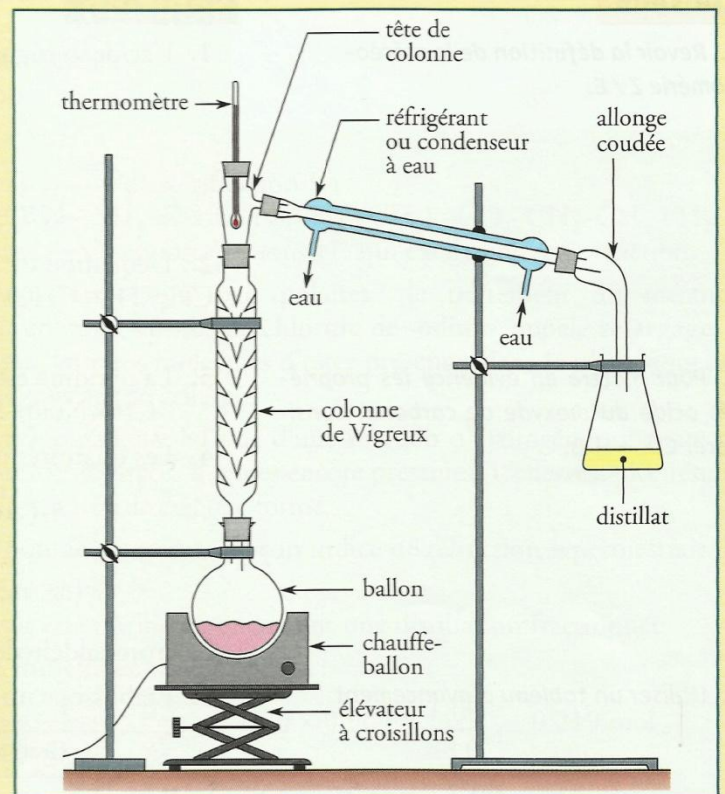
- Après séparation d'avec une phase aqueuse, une phase organique doit être séchée, c'est-à-dire débarrassée de toute traces d'eau. Pour cela on agite la phase organique avec des desséchants solides tels que le sulfate de magnésium anhydre $MgSO_4$, le sulfate de sodium anhydre Na_2SO_4 ou le chlorure de calcium anhydre $CaCl_2$.
- La quantité de desséchant ajouté est suffisante si la solution est limpide et si le solide ajouté ne s'agglomère plus.

Cristallisation d'un solide

- La cristallisation d'un solide S est sa formation à partir d'une solution par diminution de sa solubilité suite à une variation du pH, de la température ou de la polarité du solvant. La cristallisation sera d'autant plus facile que la température sera basse et que le solvant et le solide S auront des polarités différentes.

Distillation fractionnée

- Une distillation fractionnée permet de séparer deux liquides miscibles ayant des températures d'ébullition différentes [Doc. 1].
- L'espèce qui distille en premier est la plus volatile, c'est celle qui a la température d'ébullition la plus basse.



Doc. 1 Schéma d'un montage à distiller.

Rendement d'une synthèse et taux d'avancement final

- Le rendement ρ de la synthèse d'une espèce E vaut $\rho = \frac{n_{\text{exp}}(E)}{n_{\text{max}}(E)}$ où $n_{\text{exp}}(E)$ est la quantité de E expérimentalement obtenue et $n_{\text{max}}(E)$ la quantité maximale de E attendue.
- Le taux d'avancement final d'une réaction noté τ vaut $\tau = \frac{x_f}{x_{\text{max}}}$ où x_f est l'avancement final de la réaction et x_{max} son avancement maximal.
- Les calculs de ρ et τ nécessitent la détermination du réactif limitant.