

I. Sécurité et coût

- Dans un laboratoire, des règles assurent la sécurité de tous. Elles portent sur :
 - **La tenue vestimentaire** (blouse, lunettes, gants) ; les déplacements (ne pas courir, ne pas renverser).
 - **Les précautions à prendre selon les risques liés aux réactifs.**
 - **La sécurité des montages** (température, pression, verrerie bien fixée).
 - **Le traitement des déchets.**
- Le coût d'une synthèse s'estime à partir
 - **Coût des réactifs et des solvants.**
 - En cas de chauffage fort ou prolongé, **le coût énergétique** doit être pris en compte.

Les pictogrammes de danger sont au nombre de neuf.

	Corrosif Brûlures de la peau et lésions oculaires graves		Nocif ou irritant par contact cutané, par ingestion, par inhalation		Toxique par contact cutané, par ingestion, par inhalation
	Danger pour la santé Risque CMR (cancérogène, mutagène ou reprotoxique)		Inflammable ou extrêmement inflammable		Comburant Peut provoquer ou aggraver un incendie
	Gaz sous pression ou gaz réfrigéré ; peut exploser sous l'effet de la chaleur ou provoquer des brûlures cryogéniques		Explosif		Dangereux pour l'environnement

II. Analyse des protocoles

1. Espèces chimiques mises en jeu

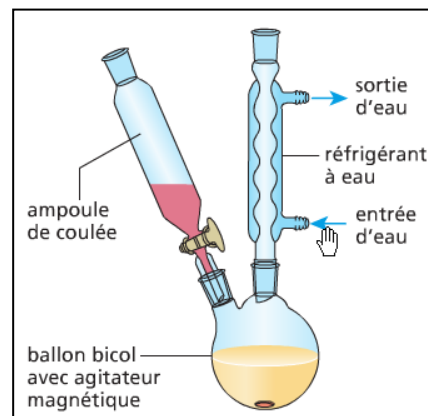
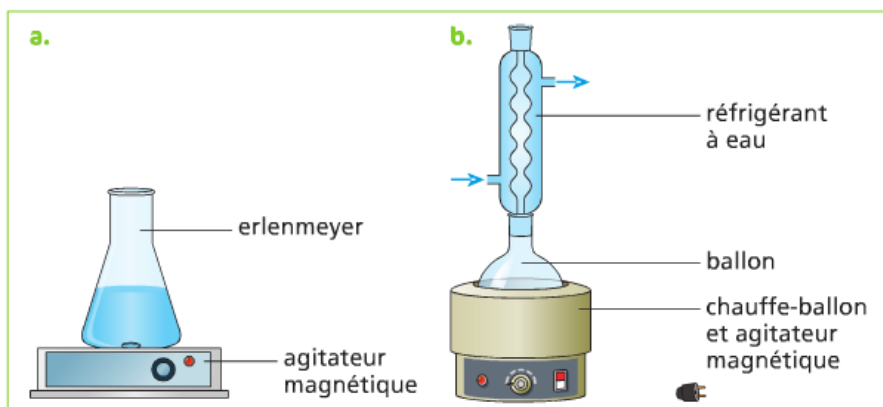
- Un protocole décrit les espèces chimiques (réactifs, solvants et catalyseurs) à introduire et leurs quantités respectives.
- Les réactifs peuvent ou non être introduits dans les proportions stœchiométriques.

2. Choix des paramètres expérimentaux.

- L'expérimentateur justifie le choix des paramètres expérimentaux pour des raisons simples :
 - **La température** permet de jouer sur l'état physique des composés et est un **facteur cinétique**.
 - **La durée de réaction**, comme compromis entre un temps long qui permet de consommer la totalité des réactifs et une attente raisonnable.
 - **Le solvant** qui assure la solubilisation des réactifs et qui est souvent un facteur cinétique.
 - **Le pH**, car pour les réactions en solution aqueuse, il peut jouer sur la solubilité des réactifs, être un facteur cinétique ou provoquer des réactions parasites.

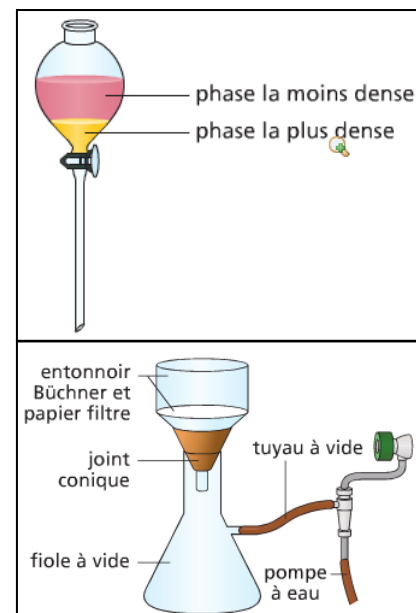
3. Choix du montage

- Selon les paramètres expérimentaux choisis, l'expérimentateur opte pour le montage à utiliser :
 - **L'agitation** homogénéise les concentrations et la température ; elle aide aussi à solubiliser les réactifs.
 - **Le montage à reflux** permet **d'augmenter la température du milieu sans perte de matière par évaporation**. La réaction se déroule alors à la température d'ébullition du solvant et les vapeurs de ce dernier se condensent dans le réfrigérant. **Des grains de pierre ponce régulent l'ébullition**.
 - **L'ampoule de coulée** permet d'ajouter l'un des réactifs progressivement (pour éviter un échauffement nuisible par exemple).



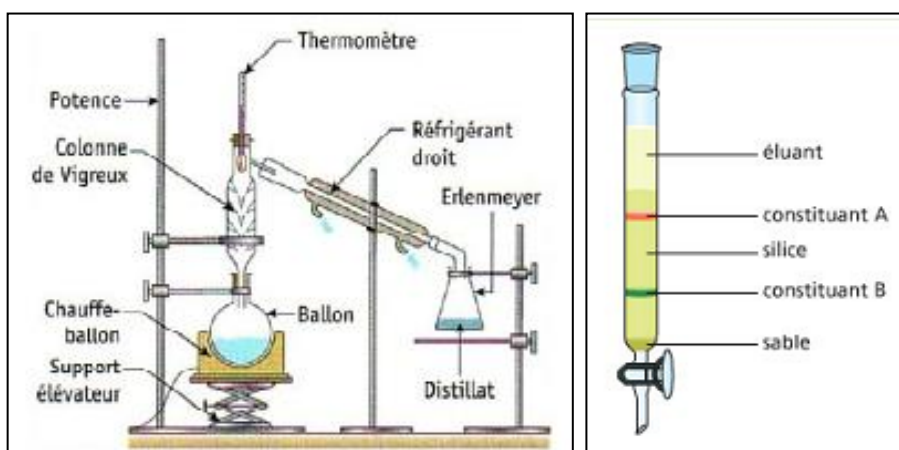
4. Choix du traitement du milieu réactionnel

- Une fois la réaction terminée, le milieu réactionnel doit être traité pour isoler le produit désiré du solvant, des réactifs en excès ou encore des produits non désirés
 - **L'extraction avec une ampoule à décanter** tire profit de la différence de solubilité des espèces chimiques dans deux solvants non miscibles. Elle permet aussi le lavage d'une phase organique, si les impuretés sont solubles en phase aqueuse, soit l'extraction du produit cherché d'une phase aqueuse.
 - **Le séchage de la phase organique par le sulfate de magnésium** qui capte les traces d'eau présentes en fin d'extraction ou de lavage.
 - **La filtration** sépare un solide d'une phase liquide, elle peut être **réalisée sous vide ou non**.



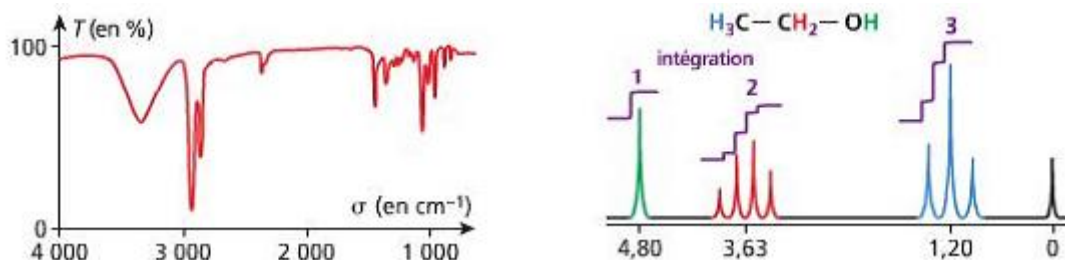
5. Choix de la technique de purification

- Les étapes de traitement conduisent à l'obtention d'un produit dit « brut » mais ne permettent pas toujours de retirer la totalité des impuretés, il faut alors purifier le produit grâce à une technique appropriée
 - **La distillation** sépare les **constituants d'un mélange liquide dont les températures d'ébullition sont différentes**.
 - **La recristallisation** élimine les impuretés présentes dans un solide en **jouant sur les différences de solubilité du produit** et des impuretés dans un solvant en fonction de la température.
 - **La CCM** sépare les constituants d'un mélange.



6. Choix de la technique d'analyse

- Différents types d'analyse permettent d'identifier et contrôler la pureté du produit synthétisé:



CCM, spectres IR, spectres RMN, spectres UV-visible, température de fusion ...

7. Rendement R d'une synthèse

$$R = \frac{n_{\text{exp}} \times 100}{n_{\text{th}}}$$

où n_{exp} est la quantité de matière de produit **effectivement obtenue** et n_{th} la quantité de matière de produit **théoriquement formée**