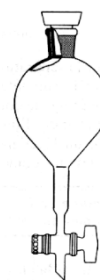


1. Isolement d'un liquide : extraction, relargage, lavage

- L'extraction liquide-liquide** permet de transférer sélectivement des espèces présentes dans un solvant vers un autre solvant, non miscible au premier, dans lequel elles sont plus solubles. On peut montrer qu'une succession d'extractions à l'aide de petits volumes de solvant est plus efficace qu'une extraction opérée avec un seul et grand volume de solvant. C'est ce qui est couramment pratiqué puisque toute extraction est réalisée au moins deux fois. Cette opération est réalisée à l'aide d'une **ampoule à décanter**.
- Afin d'améliorer la récupération d'un produit organique mélangé à de l'eau lorsque sa solubilité dans l'eau n'est pas négligeable, il est possible de saturer la phase aqueuse en sel (NaCl généralement). Le maximum de produit organique passe alors dans la phase organique. On parle de **relargage**.
- Les liquides organiques provenant de mélanges réactionnels contiennent souvent des impuretés. Celles-ci peuvent être éliminées avec de l'eau ou une solution aqueuse neutre, acide ou basique. Cette opération est appelée **lavage**.
exemples : - neutralisation des acides présents par lavages avec NaOH, Na₂CO₃, NaHCO₃....
- neutralisation des bases présentes par lavages avec HCl, NH₄Cl, CH₃COOH...

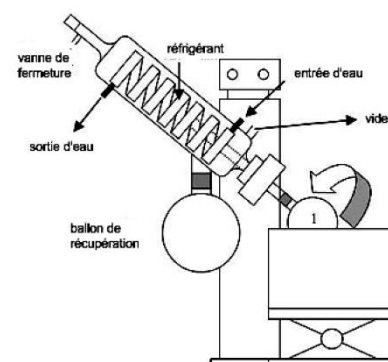


2. Séchage d'un liquide

Une fois extraite la phase organique il faut éliminer toute trace d'eau. On parle de **séchage de la phase organique**. On emploie un sel anhydre, sous forme de poudre ou de grains (ex : MgSO₄). On saupoudre la solution avec l'agent desséchant jusqu'à ce que le sel reste en suspension. Il suffit alors de filtrer sur papier filtre pour recueillir la phase organique.

3. Elimination du solvant par évaporation

Les solvants utilisés lors de la synthèse et des étapes d'extraction lavage doivent être éliminés avant purification du produit. Cela se fait à l'aide d'un **évaporateur rotatif** (schéma ci-contre). Il s'agit d'une distillation simple sous pression réduite. Le mélange (produits + solvant) est introduit dans le ballon d'évaporations (noté 1) mis en rotation et chauffé. En fin de manipulation, le solvant pur se retrouve dans le ballon de récupération.

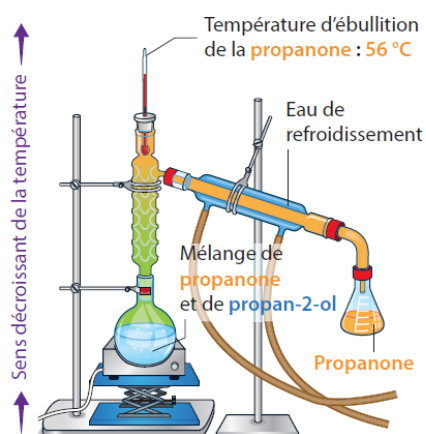


4. Purification par distillation fractionnée (hors-programme)

Une distillation fractionnée permet de séparer les constituants d'un mélange de liquides miscibles ayant des températures d'ébullition nettement différentes.

Exemple :

Exemple : Le propan-2-ol peut être obtenu à partir de la propanone. Si à la fin de la synthèse, il reste encore quelques traces de propanone, on peut les éliminer par distillation. En s'élevant dans la colonne à distiller, le mélange s'enrichit en constituant le plus volatil : la propanone ($T_{eb} = 56\text{ }^{\circ}\text{C}$). Le liquide dans le ballon s'enrichit en constituant le moins volatil : le propan-2-ol ($T_{eb} = 82\text{ }^{\circ}\text{C}$).



5. Caractérisation

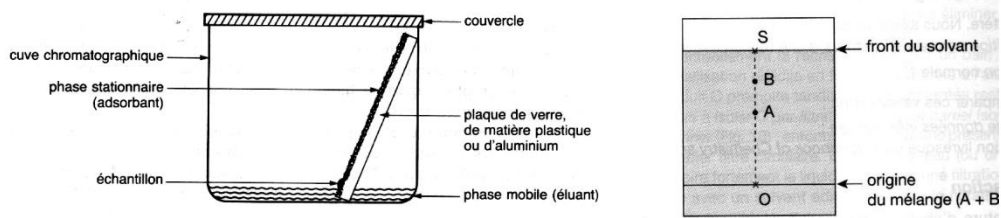
- Indice de réfraction

La vérification de la pureté d'un liquide peut se faire par la détermination de son indice de réfraction, à l'aide d'un **réfractomètre**. En déposant quelques gouttes de liquide sur le trajet d'un faisceau lumineux, le réglage à la pénombre (fils d'un réticule se croisant sur une zone sombre et une zone éclairée) permet de lire directement l'indice recherché.

- Chromatographie sur couche mince (CCM)

La chromatographie est une méthode physique de séparation basée sur les différences d'affinité des substances à analyser à l'égard de deux phases : l'une stationnaire ou fixe et l'autre mobile. La chromatographie sur couche mince (CCM) repose sur des phénomènes d'adsorption : la phase mobile est un éluant qui progresse par capillarité sur une plaque d'aluminium recouverte de gel de silice. Les substances migrent à une vitesse qui dépend de leur nature et de celle du solvant.

Lorsque les composants de l'échantillon analysé sont colorés, leur séparation est facilement observable sur la plaque. Dans le cas contraire, on doit rendre la tache visible par un procédé de révélation, par exemple en exposant la plaque à une source de rayons UV (certains composés apparaissent sous forme de taches brillantes).



Questions possibles :

Quel est le principe d'une extraction liquide-liquide.

L'extraction liquide-liquide est une technique de séparation basée sur une différence de solubilité du produit à extraire entre deux solvants non miscibles.

En général, comment sont disposées les phases dans une ampoule à décanter ? Comment peut-on le vérifier expérimentalement ?

La phase aqueuse a en général une densité plus élevée que la phase organique, elle constitue donc la phase inférieure (sauf pour certains solvants chlorés). Il y a cependant de nombreux contre exemples, pour en être sûr il faut comparer les volumes des deux phases aux quantités engagées. En cas de différence trop faible de ces volumes, il faut séparer les deux phases et ajouter de l'eau dans l'une et regarder le nombre de phases obtenues.

Pourquoi agite-t-on l'ampoule à décanter ? Pourquoi faut-il dégazer régulièrement ?

En agitant l'ampoule à décanter on augmente la surface de contact entre les deux phases et on augmente donc la vitesse de transfert des espèces (raisons cinétiques). Il faut dégazer de temps en temps car du solvant organique se vaporise jusqu'à saturation de la phase gazeuse, ce qui provoque une surpression dans l'ampoule à décanter.

Dans quel but lave-t-on une phase organique à l'eau ?

Lors d'un lavage on utilise de l'eau distillée ou une solution aqueuse pour éliminer les impuretés de la phase organique solubles en phase aqueuse (ce qui purifie la phase organique).

Dans quel but réalise-t-on une extraction d'une phase aqueuse à l'aide de solvant organique ? Pourquoi préfère-t-on extraire la phase aqueuse avec 3 fois V mL de solvant organique plutôt qu'une seule fois avec $3 \times V$ mL d'eau ?

Lors d'une extraction, on utilise un solvant organique pour extraire une molécule organique d'une solution aqueuse. Trois extractions à V mL de solvant sont plus efficaces (meilleur taux d'extraction) qu'une seule extraction avec $3 \times V$ mL.

Qu'est-ce que le relargage ?

Le relargage est une technique qui consiste à introduire des ions (généralement Na^+ et Cl^-) dans la phase aqueuse. Les molécules d'eau quittent le composé moléculaire organique pour solvater les ions Na^+ et Cl^- . Le composé organique est alors beaucoup moins soluble en phase aqueuse et est « relargué » dans la phase organique (on améliore ainsi le rendement d'extraction).

Pourquoi introduit-on du sulfate de magnésium (ou de sodium) anhydre dans la phase organique ?

Le rôle du sulfate de magnésium (ou de sodium) anhydre est de réduire fortement la teneur en eau dans la phase organique.

Quels sont les critères de pureté d'un composé organique liquide ? Quelles techniques permettent de le purifier ?

—Critères de pureté : Indice de réfraction mesuré au réfractomètre, CCM, point d'ébullition etc.

—Technique de purification : Distillation, chromatographie sur colonne, etc.

Quel est le principe de la chromatographie sur couche mince ?

La chromatographie sur couche mince est une technique de séparation et de caractérisation basée sur les différences relatives d'affinité des constituants d'un mélange entre une phase stationnaire adsorbante et un éluant.

Comment met-on en évidence la présence du produit désiré dans le mélange brut de réaction ?

La tache du produit dans l'échantillon analysé et celle de l'échantillon authentique doivent avoir le même rapport frontal (R_f).

Comment justifier les positions relatives des espèces chimiques sur la plaque chromatographique ?

Plus l'espèce chimique est polaire et plus elle effectue des liaisons hydrogènes avec la silice, plus son rapport frontal sera faible.

Quel est l'effet de l'augmentation de la polarité de l'éluant sur la position des rapports frontaux ?

Si on augmente la polarité de l'éluant, les R_f de toutes les taches augmentent.