

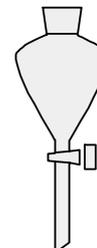
## IV-L'EXTRACTION ET LE LAVAGE LIQUIDE / LIQUIDE

À l'issue d'une réaction, le produit synthétisé (nommé Sy) est dans une phase (peut-être en présence d'une deuxième), peut-être dissous dans un solvant, en présence de résidus de réactifs, organiques et minéraux, ou de produits parasites. Ce mélange, mono ou biphasique, est appelé le **BRUT REACTIONNEL**.

**Le but d'une extraction** est d'obtenir une phase unique, contenant majoritairement le plus possible de Sy, phase à partir de laquelle, il sera possible d'obtenir Sy pur par la suite des opérations.

**Le but d'un lavage** est de se débarrasser des impuretés.

Cette extraction ou lavage démarre généralement par l'emploi d'une ampoule à décanter :



Dans une ampoule à décanter, on met deux phases en équilibre, les solutés des deux phases se mettant en équilibre entre les deux phases. **L'agitation permet d'atteindre l'équilibre** en mettant les 2 phases en contact intime.

En général d'une de ces phases est aqueuse et l'autre est organique

Soit  $\varphi_{\text{ballon}}$  la phase issu du protocole de synthèse, contenant Sy et d'autres espèces notées  $P_i$ , dans un solvant  $\Sigma_{\text{ballon}}$ . Cette phase est versée dans l'ampoule. On y introduit alors un solvant noté  $\Sigma_{\text{ajouté}}$ , non miscible à  $\Sigma_{\text{ballon}}$ . On obtient donc une deuxième phase  $\varphi_{\text{ajoutée}}$ .

Deux cas se présentent alors:

**Le texte parle de faire une extraction**

Donc  $\Sigma_{\text{ajouté}}$  solubilise mieux Sy que  $\Sigma_{\text{ballon}}$

C'est donc que l'on procède à une EXTRACTION  
 $\varphi_{\text{ajoutée}}$  contiendra l'essentiel de Sy  
 On procédera à plusieurs extractions de  $\varphi_{\text{ballon}}$  qui sera donc conservée, entre 2 extractions.  
 Chaque  $\varphi_{\text{ajoutée}}$  sera précieusement conservée, mélangée à la suivante  
 En fin d'extraction,  $\varphi_{\text{ballon}}$  pourra être jetée (vérifier toute-fois le texte...)

**Le texte parle de laver un phase...**

donc  $\Sigma_{\text{ajouté}}$  solubilise moins bien Sy que  $\Sigma_{\text{ballon}}$

C'est donc que l'on procède à un LAVAGE  
 $\varphi_{\text{ballon}}$  conservera l'essentiel de Sy  
 A chaque lavage, les  $\varphi_{\text{ajoutées}}$ , pourront être jetées, car elles contiendront des impuretés  $P_i$ .  
 $\varphi_{\text{ballon}}$  sera précieusement conservée

On peut montrer, par l'étude des équilibres successifs de type  $Sy_{\varphi1} \rightleftharpoons Sy_{\varphi2}$

$$K = \frac{[Sy_{\varphi2}]}{[Sy_{\varphi1}]} = \text{coeff de partage}$$

qu' **il vaut mieux utiliser plusieurs extractions** avec de petits volumes de solvant, que une seule avec une quantité équivalente totale de solvant, pour extraire le plus possible de Sy .

Pour un lavage, c'est la même chose, on extrait plus d'impuretés en plusieurs "petites" fois qu'en une seule "grosse"...

Ainsi si le texte dit : Extraire 2 fois à l'éther =>

- ♦ le ballon contient Sy dissous en phase aqueuse , et Sy est plus soluble dans l'éther
- 1 ♦ On verse la phase aqueuse du ballon dans l'ampoule. On rajoute de l'éther. On agite. On laisse décanter.
- 2 ♦ On vide la phase inférieure (a priori aqueuse plus dense –à vérifier- ) dans un bécher . On réserve.
- ♦ On vide la phase étherée dans un autre bécher , conservé PRÉCIEUSEMENT (contient Sy) (1° extraction).
- ♦ On remet la phase aqueuse réservée dans l'ampoule et on recommence les points 1 et 2.
- ♦ On vide la phase étherée dans le bécher précieux , avec l'autre...(2° extraction).

Si 3 extractions étaient demandées...je ne recommence pas...!!! S'adapter au texte....

Si le texte dit: laver une fois à la soude, puis une fois avec une solution d'hydrogénocarbonate de sodium =>

- ♦ Le but du premier lavage est d'éliminer les impuretés acides
- ♦ Le but du deuxième lavage est de neutraliser le milieu (pH ( $\text{HCO}_3^- \text{ aq} \approx 7$ ))
- ♦ Sy n'est pas soluble à l'eau . Sy restera en phase organique, non miscible à l'eau.

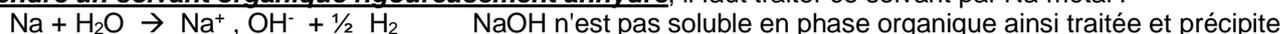
Pour le protocole, voir plus haut , en gardant ce qu'il faut : la phase organique et Sy..., et en jetant les solutions de lavage...

Pour s'assurer que le milieu a été neutralisé ( ie ramener le pH aux alentours de 7 ), on utilise une baguette en verre : on la plonge dans la solution à vérifier, on dépose une goutte ainsi prélevée sur un papier pH...et on procède à un lavage supplémentaire à  $\text{HCO}_3^-$  si nécessaire.

Avant de procéder à l'étape ultérieure, si Sy est dissous en phase organique, il faut sécher cette phase, c'est-à-dire éliminer toute trace d'eau qui peut provoquer des phénomènes azéotropiques fort gênants...

**Pour sécher une phase organique** il faut y ajouter des cristaux anhydres de sulfate de magnésium ou sulfate de calcium ou même carbonate de calcium qui adsorberont sélectivement les traces d'eau dissoutes dans la phase organique. Le milieu ne sera pas rigoureusement anhydre (pas suffisant pour une synthèse magnésienne par exemple) mais suffisamment pour le passage au rotavapor ou une distillation ultérieure.

**Pour rendre un solvant organique rigoureusement anhydre**, il faut traiter ce solvant par Na métal :

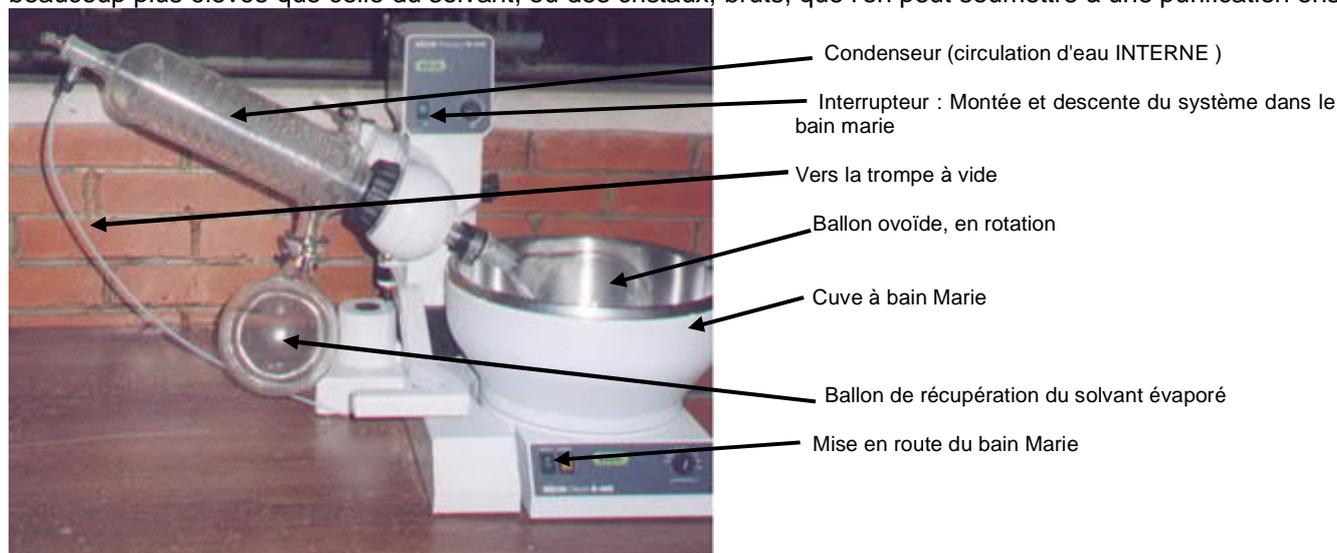


Remarque: cette méthode n'est pas valable pour rendre de l'éthanol anhydre par exemple...puisque'il réagit comme l'eau sur le sodium....Pour lui, il faut procéder à des distillations pénibles...

Vous ne manquerez pas de remarquer la différence de vocabulaire : sécher une phase organique et la rendre anhydre consistent en deux opérations différentes, car deux objectifs et deux conditions expérimentales différentes.

Lorsque la phase contenant Sy est organique, le solvant est généralement assez volatil. Si la phase est assimilable à un mélange binaire (solvant + Sy -impuretés négligeables- ) , **on peut alors évaporer le solvant** pour récupérer Sy presque pur...

Le rotavapor est l'appareil qui permet, en fin d'extraction, d'évaporer le solvant (organique et volatil) pour récupérer Sy BRUT. On peut aussi bien récupérer un liquide (en général huileux car il présente une température d'ébullition forcément beaucoup plus élevée que celle du solvant, ou des cristaux, bruts, que l'on peut soumettre à une purification ensuite.



Il existe des rotavapors dans lesquels la colonne réfrigérante (condenseur) est verticale...

On peut aussi extraire un solvant par distillation. Le résidu qui reste au fond du ballon est un mélange de Sy et de toutes les impuretés. Ce résidu devra être purifié.