

Extraction et purification

1. Principe

L'extraction par voie chimique consiste en l'utilisation d'un réactif (minéral dans la plupart des cas) pour séparer sélectivement un composé d'un mélange.

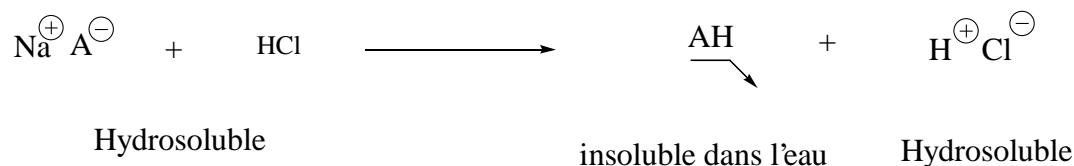
Le réactif minéral est sélectif de l'un des constituants du mélange. Très souvent la manipulation a pour but de faire passer en solution aqueuse un (ou des composés (s) se trouvant dans un solvant organique.

Soit un composé organosoluble à caractère acide AH insoluble ou très peu soluble dans l'eau (c'est à dire réagissant avec les bases pour donner un sel) et un composé neutre N organosoluble (ne réagissant pas avec les bases ni avec les acides) en solution dans un solvant organique (pratiquement insoluble dans l'eau). L'objet de la manipulation est de séparer ces deux produits. Pour cela, si, dans une ampoule à décanter, on agite vigoureusement (dans le but d'augmenter la surface de contact des deux phases) la solution étherée avec une solution de soude, il y a réaction selon :

2. Mécanisme



Cela se traduit par le passage de l'acide (sous forme de sel) dans la phase aqueuse. Le produit neutre reste dissous dans la phase organique non miscible à l'eau. Par simple séparation de phase, on réalise la séparation chimique de AH et N .



AH(sous la forme de sel $\text{Na}^{\oplus} \text{A}^{\ominus}$) peut être extrait de la phase aqueuse par acidification avec une solution aqueuse d'HCl (on observe une précipitation de AH)

3. Mode opératoire

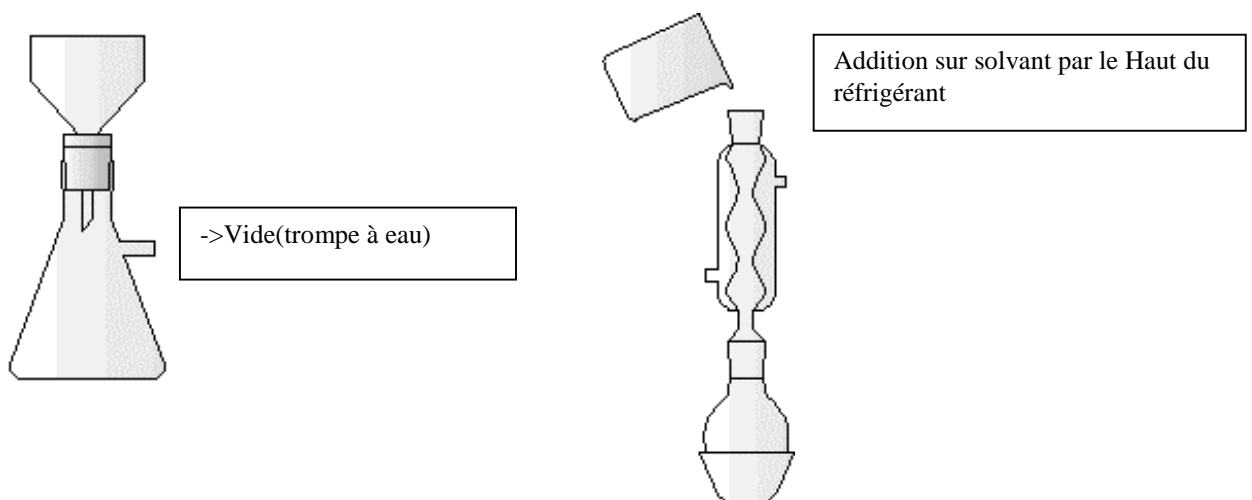
- Vérifier le bon fonctionnement du robinet de l'ampoule à décanter (le graisser s'il est en verre).
- Dans le but de contrôler par Chromatographie CCM nous effectuerons un dépôt de quelques gouttes de la solution sur une plaque de silice.(A chaque extraction on effectuera un dépôt sur un plaque)
La plaque sera ensuite déposée dans une cuve (Bécher) la chromatographie sera réalisé en présence d'un solvant(éther).
- Pour l'extraction, introduire 75mL de solution étherée de AH et N
Ajouter 20ml de soude au 1/3

- Boucher l'ampoule et agiter vigoureusement en ouvrant de temps en temps le robinet pour éviter la surpression
 - Laisser décanter (séparation des deux phases)
- Recueillir la phase inférieure dans un bécher (vérifier la nature de la phase)

- On vérifie l'efficacité de l'extraction en acidifiant par HCl la phase aqueuse refroidie (le refroidissement diminue la solubilité de l'acide dans l'eau). On contrôlera le milieu acide à l'aide du papier indicateur du pH.
- On effectuera le nombre d'extraction suffisante

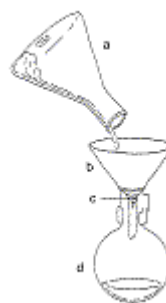
Traitement de la Phase Aqueuse

- Les phases aqueuses sont réunies, acidifiées si nécessaire (contrôle du pH)
- L'acide qui précipite est filtré sur un Buchner puis **recristallisé** dans un mélange eau/alcool



Traitement de la Phase Organique

- La phase étherée est lavée à l'eau pour éliminer toutes traces de bases. (contrôle du pH)
- La phase étherée est transférée dans un erlenmeyer et sécher avec Na_2SO_4 (quelques minutes)
- La solution est transvasée dans un ballon et évaporé l'éther à l'évaporateur rotatif



Les Points Fusions des cristaux seront pris sur le Banc Köfler (à gradient de température)