

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**.

- ▶ Lorsque le produit synthétisé est très soluble dans la phase organique, on peut, pour améliorer la séparation :
 - **saturer la phase aqueuse en sels** (par exemple $\text{Na}^+(\text{aq}) + \text{Cl}^-(\text{aq})$) afin de diminuer la solubilité du produit organique dans la phase aqueuse. Cette technique s'appelle le **relargage** ;
 - **laver la phase organique** avec de l'eau pour en retirer les espèces solubles dans l'eau (**doc. 3**) ;
 - **extraire le produit de la phase aqueuse** avec un solvant organique.
- ▶ Ces étapes doivent être suivies :
 - d'un séchage afin d'éliminer l'eau contenue dans la phase organique avec un desséchant chimique, par exemple $\text{Na}_2\text{SO}_4(\text{s})$ anhydre ;
 - de l'évaporation du solvant grâce à un évaporateur rotatif (**doc. 4**).

1.4 Étape 3 : la purification

La **purification** consiste à éliminer les faibles quantités d'impuretés, contenues dans le produit brut afin d'obtenir le **produit purifié**.

Les deux méthodes de purification les plus employées sont la **recristallisation** pour les solides (**activité 1**) et la **distillation** pour les liquides (**activité 2**).

▶ La **recristallisation** est une méthode de purification des solides fondée sur la **différence de solubilité** du produit et des impuretés dans un solvant*.

▶ La **distillation** est une méthode de purification des liquides fondée sur les **différences de température d'ébullition** du produit et des impuretés.

1.5 Étape 4 : les analyses

Les étapes d'analyse permettent de **contrôler la pureté** du produit synthétisé et de le **caractériser** (de l'identifier).

Il existe plusieurs méthodes, certaines dépendent de l'état physique du produit.

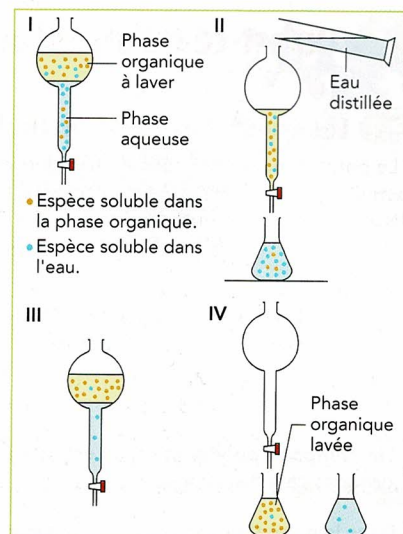
- Pour les solides : mesure de la température de fusion, par exemple, à l'aide du banc Köfler (**doc. 5**).
- Pour les liquides : mesure de l'indice de réfraction à l'aide d'un réfractomètre ou mesure de la température d'ébullition (**activité 2**).
- Pour les liquides et les solides : spectroscopie IR ou de RMN (**activités 1 et 2**), chromatographies (**activités 1 et 3**).

1.6 Étape 5 : le calcul du rendement

On appelle **rendement** ρ de la synthèse le quotient de la quantité du produit P effectivement obtenue n_p par la quantité maximale attendue n_{max} : $\rho = \frac{n_p}{n_{\text{max}}}$.

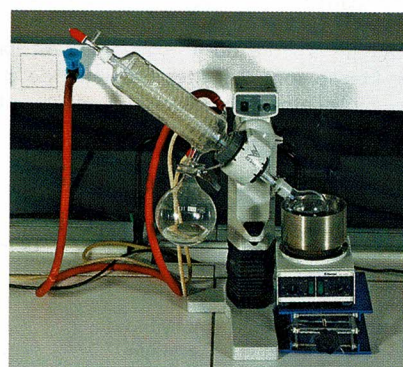
Les synthèses se font rarement en une seule étape ; dans ce cas, on parle alors de synthèse multi-étape. Le **rendement de la synthèse** est, dans ce cas, égal au **produit des rendements de chaque étape** qui doivent être les plus proches possible de 1 pour que le rendement global soit acceptable (**activité 6**).

➤ Voir exercices 1, p. 503, et 5 à 8, p. 506 et 507.

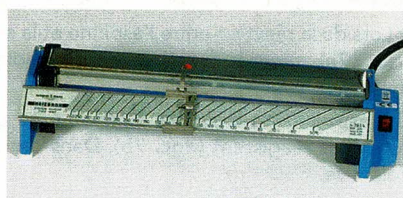


Doc. 3 Lavage de la phase organique avec de l'eau.

* Lors d'une recristallisation on introduit un minimum de solvant afin de limiter les pertes de solide contenu dans le solvant saturé.



Doc. 4 L'évaporateur rotatif permet d'éliminer les solvants sous pression réduite.



Doc. 5 Le banc Köfler permet de mesurer la température de fusion des solides.