

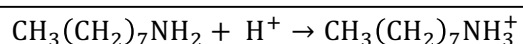
Corrigé exercice 5

EXTRACTION ACIDO-BASIQUE

Le dichlorométhane CH_2Cl_2 (nom courant : « chlorure de méthylène », en anglais : « methylene chloride ») est un solvant organique très courant, aprotique, de polarité moyenne et peu dissociant ($\mu = 1,6 \text{ D}$, $\epsilon \approx 9$), non miscible à l'eau, notamment car il n'est pas donneur de liaison hydrogène. Sa nocivité est relativement moindre que d'autres solvants chlorés, comme le chloroforme (trichlorométhane HCCl_3) ou le tétrachlorométhane CCl_4 qui sont, eux, très toxiques.

Le décane et l'octan-1-amine, qui possèdent de longues chaînes carbonées hydrophobes, sont très solubles dans le dichlorométhane. On peut donc réaliser une solution de l'alcane et de l'amine dans ce solvant.

Cette solution est introduite dans une **ampoule à décanter**, et on ajoute dans l'ampoule un volume équivalent d'une solution aqueuse d'acide chlorhydrique concentrée (correspond à 5% en masse de molécules HCl dissoutes, qui se trouvent sous forme H^+ , Cl^-). On agite en dégazant régulièrement. Le décane est quasiment **insoluble dans l'eau** (longue chaîne hydrophobe, polarité nulle) et ne donne aucune réaction avec l'acide chlorhydrique : **il reste donc dans la phase organique** (CH_2Cl_2). L'octan-1-amine est capable, par la fonction amine, de faire des liaisons hydrogène, elle est donc modérément soluble dans l'eau, mais **elle est beaucoup plus soluble dans le solvant organique** en raison de la longue partie hydrophobe. C'est pourquoi on a ajouté l'acide chlorhydrique. $\text{p}K_a(\text{H}_3\text{O}^+/\text{H}_2\text{O}) = 0 < \text{p}K_a(\text{RNH}_3^+/\text{RNH}_2) \approx 10$, **l'amine se retrouve donc protonnée** sous forme d'ion **ammonium** :



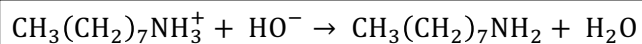
L'ion ammonium est beaucoup plus soluble dans l'eau que dans le dichlorométhane car **l'eau dissout très bien les ions**. Il passe donc en phase aqueuse.

La séparation a donc eu lieu : le décane est dans la phase organique et l'ion octan-1-ammonium est dans la phase aqueuse. Après décantation, on recueille la phase organique dans un erlenmeyer et la phase aqueuse dans un bécher.

Traitement de la phase organique : on lave la phase organique avec une solution légèrement basique (NaHCO_3) pour neutraliser l'acidité, puis à l'eau distillée pour éliminer les ions, on la récupère dans un erlenmeyer, puis on introduit une spatule de MgSO_4 anhydre, qui est une poudre hygroscopique et on agite en tournant l'erlenmeyer. La poudre prend en masse et colle aux parois en absorbant l'eau. S'il n'en reste pas en suspension, il faut ajouter une deuxième spatule. On filtre alors sur filtre plissé dans un ballon et on place ce dernier dans un **évaporateur rotatif**. Le dichlorométhane bout et s'évapore, on récupère le décane dans le fond du ballon.

Traitement de la phase aqueuse

Il faut d'abord régénérer l'amine en déprotonnant l'ion ammonium par la soude : $\text{p}K_a(\text{RNH}_3^+/\text{RNH}_2) \approx 10 < \text{p}K_a(\text{H}_2\text{O}/\text{HO}^-) = 14$, d'où :



L'octan-1-amine étant capable d'établir des liaisons hydrogène avec l'eau, elle est soluble, au moins en partie dans celle-ci. Il faut donc extraire la solution aqueuse avec du dichlorométhane, c'est-à-dire faire passer l'amine dans la phase organique où elle est plus soluble.

Pour cela, on introduit la phase aqueuse dans une ampoule à décanter, on ajoute du dichlorométhane, on bouche et on agite vigoureusement en dégazant, on laisse décanter.

L'amine est maintenant passée en phase organique. Il reste à la laver, la récupérer dans un erlenmeyer, la sécher avec MgSO_4 anhydre, filtrer sur filtre plissé et évaporer le solvant dans l'évaporateur rotatif.

Remarque : on n'introduit pas directement la phase aqueuse dans l'évaporateur rotatif car il est très difficile de séparer l'amine de l'eau par évaporation, une partie de l'eau étant retenue avec l'amine avec laquelle elle fait des liaisons hydrogène.

En outre, il resterait l'excès de soude et les ions Na^+ et Cl^- dont on veut se débarrasser.