

## F03\_Séchage de produits chimiques

Le séchage d'un composé organique consiste à éliminer le solvant avec lequel il est mélangé.

### A- Séchage d'un solide

Le séchage d'un solide consiste à éliminer le solvant du produit. Cette étape se fait généralement à l'étuve réglée à une température telle que  $T_{\text{étuve}} = T_{\text{fusion produit}} - 20^{\circ}\text{C}$  (Attention aux cas particuliers de dégradation/sublimation des produits).

- 1°) Transférer le produit dans une boîte de pétri propre, sèche et tarée
- 2°) Placer la boîte de pétri (sans couvercle) à l'étuve.
- 3°) Toutes les 10 minutes, peser l'ensemble produit + boîte de pétri et remettre à l'étuve tant que la masse varie.

### Remarques :

- \* Ecrire ses initiales ou son numéro de poste au feutre sur la boîte de pétri afin de la repérer.
- \* Utiliser son chiffon pour récupérer la boîte de pétri chaude pour ne pas se brûler
- \* Ne pas laver la boîte de pétri chaude à l'eau froide !

### B- Séchage d'un liquide organique

Les méthodes de séchage peuvent être classées en deux catégories :

- les méthodes de séchage ordinaire, conduisant à un liquide dans lequel la présence d'eau est à peine perceptible en spectroscopie I.R. ; ce séchage est en règle générale suffisant avant une distillation, mais il est insuffisant pour préparer une synthèse en milieu anhydre (organomagnésien par exemple).
- les méthodes de séchage total nécessaires pour toute réaction nécessitant un milieu rigoureusement anhydre (synthèse d'organomagnésien, réduction par un hydrure...)

#### ○ Pour un séchage ordinaire :

- 1°) Placer le liquide dans un petit erlenmeyer propre et sec.
- 2°) Ajouter au liquide une petite quantité de desséchant
- 3°) Agiter et observer : si les cristaux ont tendance à s'agglomérer et à coller aux parois, il faut en ajouter de nouveau. Le séchage est effectif lorsque la fraction de desséchant nouvellement introduite, après un séjour de quelques minutes, garde le même aspect que le desséchant anhydre.
- 4°) Laisser le mélange liquide-desséchant sous agitation pendant une dizaine de minutes (l'erlenmeyer doit être fixé par une pince deux doigts à une barre verticale, l'agitation se fait à l'aide d'un barreau aimanté sur une plaque magnétique froide, l'erlenmeyer est légèrement fermé par un bouchon).
- 5°) Séparer le liquide du desséchant par une filtration sur un entonnoir à liquide muni d'un petit bout de coton de verre. Le liquide récupéré est placé
  - dans un pilulier propre, sec et taré
  - ou dans un Claisen afin de le purifier par une distillation
  - ou dans un ballon Buchi (ou poire) afin de retirer le solvant organique grâce à l'évaporateur rotatif.

### Remarques :

\* L'excès de desséchant ne doit pas être trop important, afin de limiter les pertes de produit organique par absorption.

#### ○ Pour un séchage rigoureux :

- 1°) Placer toutes la verrerie à l'étuve ( $T^{\circ} > 90^{\circ}\text{C}$ )
- 2°) Placer les solides dans un dessiccateur sous vide en présence d'un desséchant
- 3°) Placer dans les flacons de liquides un tamis moléculaire.

o Desséchants chimiques usuels

Les solides inorganiques doivent fixer l'eau avec rapidité. Ce sont des sels anhydres, des oxydes ou des hydroxydes. Leur capacité d'absorption doit être importante, ils doivent :

- ne pas se dissoudre dans le liquide à sécher,
- ne pas réagir avec le liquide à sécher,
- ne pas donner lieu à un équilibre chimique avec l'eau, dans lequel la proportion d'eau résiduelle est trop importante.

Desséchant	Composés avec lesquels il est utilisable	Composés avec lesquels il ne faut pas l'utiliser	Capacité	Vitesse	Séchage final	Observations
MgSO <sub>4</sub>	la plupart		élevée	rapide	presque complet	le plus efficace des desséchants universels
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	la plupart		élevée	lente	incomplet	utiliser pour un premier séchage utiliser à une temp. < 32°C
CaCl <sub>2</sub>	hydrocarbures, dérivés halogénés	acides, alcools, phénols, amines, aminoacides, amides, cétones	élevée	lente	complet	
CaSO <sub>4</sub>	la plupart		faible	lente	complet	utilisable jusqu'à 100°C
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	nitriles, cétones, esters, amines, solutions basiques	acides, phénols, solutions acides	peu élevée	lente	incomplet	remplaçable par MgSO <sub>4</sub> dans la plupart des cas
NaOH	amines	la plupart	élevée	rapide	complet	
KOH	amines	la plupart	élevée	rapide	complet	
CaO	amines, alcools de faible masse	acides, solution acide, esters	peu élevée	rapide	incomplet	peut être utilisé pendant une distillation

**(Extraits du livre : Chimie organique expérimentale - M. Chavanne- A. Jullien ed. Belin)**