

## **Particularités de quelques solvants**

- le THF : Teb = 65-67°C sous pression atmosphérique. Le distiller sous gaz inerte. Se conserve sur tamis moléculaire 4 Å ou sur hydrure de calcium pendant un à deux jours. Il est néanmoins recommandé de le distiller juste avant utilisation.
- l'éther diéthylique : Teb = 34-35°C sous pression atmosphérique. Le distiller sous azote. Se conserver sur tamis moléculaire 3 Å pendant deux à trois jours.

**REMARQUE :** Le THF et l'éther diéthylique forment des peroxydes et finissent par se charger en eau. Présécher en agitant ces solvants une nuit sur KOH (50 g par litre) fraîchement pulvérisé. Avant toute distillation, il est impératif d'éliminer les peroxydes en passant le solvant sur une petite colonne d'alumine basique. Il existe dans le commerce des bandelettes indicatrices de peroxydes (Prolabo ou Merck par exemple).

Pour les obtenir anhydres, distiller de préférence sous atmosphère inerte et ajouter avant distillation un agent déshydratant : on le fait généralement sur LiAlH<sub>4</sub> (jamais plus d'1 g par litre) ou sur sodium en présence de benzophénone (3 g de sodium métallique et 12 g de benzophénone pour 1,5 L de solvant préalablement agité sur KOH). Laisser quelques heures sur le déshydratant avant de distiller et procéder tout d'abord à un reflux total d'au moins une heure avant de collecter le solvant. Dans le cas de la distillation sur sodium-benzo-phénone, le changement de couleur du jaune au bleu (formation du radical anion de la benzophénone) indique qu'on est en condition anhydre.

- le méthanol : Teb = 65 °C sous pression atmosphérique. Distiller sur magnésium. Se conserve sur tamis moléculaire 3 Å.
- le DMF : Teb = 153 °C sous pression atmosphérique. Utiliser comme desséchant BaO et le distiller sous pression réduite (il se décompose à sa température d'ébullition sous pression normale). Se conserve sur tamis moléculaire 4 Å.
- le toluène : Teb = 110 °C sous pression atmosphérique. Le traiter par H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentré avant distillation ; laver à l'eau, puis sécher sur un desséchant minéral. On peut aussi le présécher une nuit sur CaCl<sub>2</sub>. Utiliser comme desséchant de distillation CaH<sub>2</sub>, LiAlH<sub>4</sub> ou sur sodium (remarque : le sodium fond à la température d'ébullition du toluène et forme de grosses billes sphériques). Se conserve sur tamis moléculaire 4 Å.
- le dichlorométhane : Teb = 40 °C sous pression atmosphérique. Le traiter par H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentré avant distillation ; laver à l'eau, puis sécher sur un desséchant minéral. Si on veut éviter d'être en conditions acides, le sécher plusieurs jours sur K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Utiliser comme desséchant de distillation P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Se conserve sur tamis moléculaire 4 Å.
- le cyclohexane : Teb = 81 °C sous pression atmosphérique. Le traiter par H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentré avant distillation ; laver à l'eau, puis sécher sur un desséchant minéral. Distiller sur P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Se conserve sur tamis moléculaire 4 Å.