

Travaux dirigés 1 : Techniques d'extraction

Exercice 1 :

L'huile essentielle de clou de girofle obtenu par hydrodistillation a une densité comprise entre 1,03 et 1,04. Pour obtenir une bonne extraction de l'huile essentielle, on ajoute du dichlorométhane.

Données : densité de l'eau $d_{\text{eau}} = 1$; densité du dichlorométhane $d_d = 1,34$

Solubilité de l'huile essentielle de clou de girofle : faible dans l'eau, grande dans le dichlorométhane

1. Pourquoi est-il difficile de séparer l'huile essentielle de la phase aqueuse après hydrodistillation ?
2. Expliquer en quoi l'ajout de dichlorométhane améliore la séparation de l'huile essentielle

Exercice 2 :

L'acide benzoïque $\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH}$ est assez soluble dans des solvants moins polaires que l'eau : l'éthanol, l'éther diéthylique ou le dichlorométhane. On cherche à extraire l'acide à partir d'une solution aqueuse saturée dans une ampoule à décanter en présence d'un solvant organique non miscible à l'eau. L'acide passe dans ce solvant et on le récupère après élimination du solvant.

A. Dosage de la solution saturée initiale S_0

On dose un échantillon de volume $V_0 = 20,0$ mL de la solution S_0 par une solution d'hydroxyde de sodium de concentration molaire $C_b = 2,0 \times 10^{-2}$ mol.L⁻¹ en hydroxyde de sodium apporté. Un indicateur coloré permet de déterminer l'équivalence. A cet instant, tout l'acide benzoïque présent dans l'échantillon a réagi avec un volume $V_b = 22,8$ mL de solution d'hydroxyde de sodium.

L'équation de la réaction de dosage est : $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH} + \text{HO}^- \rightarrow \text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^- + \text{H}_2\text{O}$

1. Calculez la quantité n_0 d'acide benzoïque contenu dans l'échantillon dosé.

B. Extraction simple

Dans une ampoule à décanter, on introduit un volume $V_0' = 40$ mL de la solution S_0 . On ajoute un volume $V = 10,0$ mL de dichlorométhane (densité : $d = 1,33$). On bouche l'ampoule, on l'agite et on la retourne plusieurs fois, en n'oubliant pas de dégazer régulièrement. On repose l'ampoule sur son support puis on enlève le bouchon.

On recueille un volume 20 mL de la phase aqueuse que l'on dose avec une solution d'hydroxyde de sodium de concentration molaire $C_b' = 2,0 \times 10^{-3}$ mol.L⁻¹.

Le volume de soude versé à l'équivalence est $V' = 18,1$ mL.

1. Situez les deux phases dans l'ampoule à décanter.
2. Calculez la quantité n_1 d'acide restant dans la phase aqueuse. En déduire la quantité extraite avec le solvant organique.
3. Déterminez le coefficient de partage K_1
4. Calculez le rendement r_1 de l'extraction.

C. Extraction en 2 étapes

On introduit de nouveau un volume $V_0' = 40,0$ mL de solution S_0 dans une ampoule à décanter. On ajoute un volume $V/2 = 5,0$ mL de dichlorométhane.

On recueille la phase aqueuse en totalité et on extrait une seconde fois avec le même volume de 5,0 mL de dichlorométhane. On recueille finalement un volume de 20 mL de phase aqueuse que l'on dose avec la solution d'hydroxyde de sodium de concentration C_b' . Le volume équivalent est $V_b'' = 4,0$ mL.

1. Calculez la quantité n_2 d'acide restant dans la phase aqueuse. En déduire la quantité extraite avec le solvant organique.
2. Calculez le coefficient de partage K_2 .
3. Déterminez le rendement r_2 de l'extraction en 2 étapes.
4. Quelle conclusion peut-on tirer de ces deux expériences ?

Exercice 3 :

On souhaite doser un médicament X dans une solution injectable à 45mg/L par une extraction liquide/liquide.

On extrait 10mL de soluté injectable par 2mL d'acétate d'éthyle.

Le coefficient de partage acétate d'éthyle/ eau injectable est égal à 50.

Dans cette partie, on sait que X n'est ni dissocié ni dimérisé dans la phase organique.

- 1/ Quelles sont les conditions nécessaires pour une extraction de bonne qualité ?
- 2/ Calculer la quantité de X extraite ainsi que la quantité restante dans la phase aqueuse et le rendement de l'extraction.
- 3/ Quel pourcentage restera-t-il après 5 extractions successives par 1mL d'acétate d'éthyle ?