

Fiche technique

Extraction et lavages

I. Intérêt & principe général

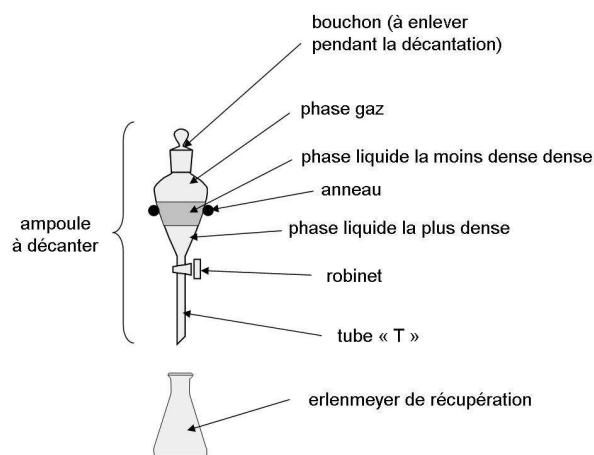
L'extraction permet faire passer une substance d'un solvant à un autre en vue de sa purification. En général, elle se pratique pour un composé organique faiblement soluble dans l'eau et qui est obtenu dans un mélange biphasé aqueux-organique à l'issue d'une synthèse. Le mélange réactionnel est mis au contact d'un solvant dans lequel la substance d'intérêt est bien plus soluble que dans l'eau : elle se dissout dans ce solvant et quitte la phase aqueuse.

Les lavages permettent ensuite de purifier la phase organique (si le produit d'intérêt est organique), éventuellement de la neutraliser si nécessaire. Ils s'opèrent à l'aide de solutions aqueuses dans lesquelles vont se dissoudre les impuretés. Si le milieu est acide, on peut le neutraliser à l'aide d'une solution d'hydrogénocarbonate NaHCO_3 , entraînant la libération de $\text{CO}_{2(g)}$. Si le milieu est basique, on peut le neutraliser à l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique. Les lavages entraînent toujours des pertes puisque le produit d'intérêt est toujours un peu soluble en phase aqueuse.

Le relargage permet de limiter au maximum la présence d'eau dans la phase organique à l'issue des lavages. Il s'opère à l'aide d'une solution saturée de NaCl . Les molécules d'eau éventuellement restantes en phase organique avant ce traitement tendent à en sortir pour assurer une meilleure solubilisation des ions de la solution saturée.

À l'issue des traitements indiqués ci-dessus, on procède généralement à l'évaporation du solvant d'extraction à l'aide d'un évaporateur rotatif après séchage sur sel anhydre (sulfate de sodium par exemple).

II. Dispositif expérimental & protocole



Les extractions, lavages et relargages s'effectuent en laboratoire avec une ampoule à décanter. Le mélange est placé dans l'ampoule, le solvant d'extraction ou la solution de lavage est ajoutée. L'ampoule est bouchée et l'ensemble est agité vigoureusement pour faciliter les échanges entre phases. Lors de cette phase, on évacue régulièrement les gaz éventuellement produits par l'opération (le mélange peut entraîner la vaporisation d'une partie du solvant organique ou un gaz peut être produit au cours de l'opération).

L'ampoule est ensuite laissée au repos (décanter) sur un anneau, le bouchon doit être ôté durant cette phase, de façon à éviter les surpressions dans l'ampoule.

Une fois la séparation de phase effectuée au sein de l'ampoule, on récupère la phase

inférieure, plus dense, dans un récipient propre. Si la phase supérieure doit subir des lavages, on la laisse dans l'ampoule et on effectue les lavages. Si c'est la phase dense qui doit subir des traitements, on récupère les deux phases dans des récipients propres et on ré-introduit la phase dense dans l'ampoule pour la suite des traitements.

On essaye d'éviter de laisser du liquide dans le tube noté "T" ci-contre lors de l'évacuation d'une phase, de façon à éviter que ce résidu ne se retrouve dans l'autre phase lors de son évacuation ultérieure.

On peut connaître la répartition des phases dans l'ampoule en consultant les tables de données indiquant la densité des solvants. En l'absence de données, on peut introduire une goutte d'eau par le haut de l'ampoule lorsque les phases sont séparées : si la goutte traverse la phase supérieure pour aller dans la phase inférieure, la phase organique est au-dessus.

On prend soin de noter quelle phase a été placée dans quel récipient ! On ne jette rien avant la fin de la série de traitement, de façon à pouvoir recommencer en cas de problème.

III. Pour aller plus loin

On peut prouver, à l'aide de la notion de constante de partage, qu'une extraction avec un volume V de solvant est moins efficace (on récupère moins de produit) que deux extractions successives avec deux fois $V/2$: on améliore le rendement sans augmenter la quantité de solvant utilisée.