

TP de Chimie (Chapitre CTM4) : Extraction liquide-liquide

Lors de l'élaboration d'un protocole d'une synthèse organique, il convient de choisir les conditions opératoires aboutissant au meilleur rendement possible. Les aspects liés à la sécurité, au coût et à la protection de l'environnement doivent être aussi pris en compte.

On s'intéresse ici à un procédé fréquemment utilisé dans les laboratoires : **l'extraction liquide-liquide**.

L'extraction liquide-liquide utilise deux solvants non miscibles. Elle permet de transférer des espèces chimiques d'un solvant initial vers un solvant extracteur, dans lequel elles sont davantage solubles. Elle est réalisée dans une ampoule à décanter.

On dispose d'une **solution aqueuse saturée d'acide benzoïque** de concentration $2,4 \cdot 10^{-2}$ mol/L. On souhaite extraire l'acide benzoïque de la phase aqueuse à l'aide d'un solvant extracteur approprié.

DOCUMENTS :

Document 1 : Solubilité de l'acide benzoïque dans divers solvants

	Eau	Dichlorométhane	Éthanol	Éthanoate d'éthyle
densité	1,00	1,33	0,789	0,920
miscibilité avec l'eau	oui	non	oui	non
solubilité de l'acide benzoïque	faible	grande	grande	grande
pictogrammes de sécurité	–			

Document 2 : Rendement d'une extraction

Le rendement R de l'extraction est défini comme le quotient de la quantité de matière d'acide benzoïque extrait $n_{A \text{ extrait}}$ par la quantité de matière totale d'acide benzoïque présent initialement $n_{A \text{ initial}}$.

$$R = \frac{n_{A \text{ extrait}}}{n_{A \text{ initial}}} = \frac{n_{A \text{ initial}} - n_{A \text{ restant}}}{n_{A \text{ initial}}}$$

1/ Extraction liquide-liquide (20 minutes conseillées)

1.1/ Rappeler la signification des trois pictogrammes de sécurité :



1.2/ Choisir, en le justifiant, le solvant permettant l'extraction de l'acide benzoïque de la solution aqueuse.

1.3/ Indiquer, en la justifiant, la position des phases dans l'ampoule à décanter à la fin de l'extraction.

1.4/ Mettre en œuvre le protocole proposé ci-dessous.

Extraction liquide-liquide

- Introduire dans une ampoule à décanter, 40 mL de la solution aqueuse d'acide benzoïque et ajouter 20 mL de solvant extracteur. Ces deux volumes devront être prélevés à l'aide d'une éprouvette graduée.
- Réaliser l'extraction liquide-liquide en agitant vigoureusement l'ampoule à décanter. Attention à bien bloquer le bouchon lors de l'agitation et penser à dégazer entre les agitations.
- Poser l'ampoule sur son support puis enlever le bouchon.
- Récupérer les deux phases séparément dans deux erlenmeyers. La phase contenant le solvant extracteur devra être bouchée.

2/ Titrage de l'acide benzoïque restant dans la phase aqueuse (30 minutes conseillées)

Mettre en œuvre le titrage de l'acide benzoïque restant dans la phase aqueuse présenté ci-dessous.

Titrage de l'acide benzoïque restant dans la solution aqueuse après l'extraction

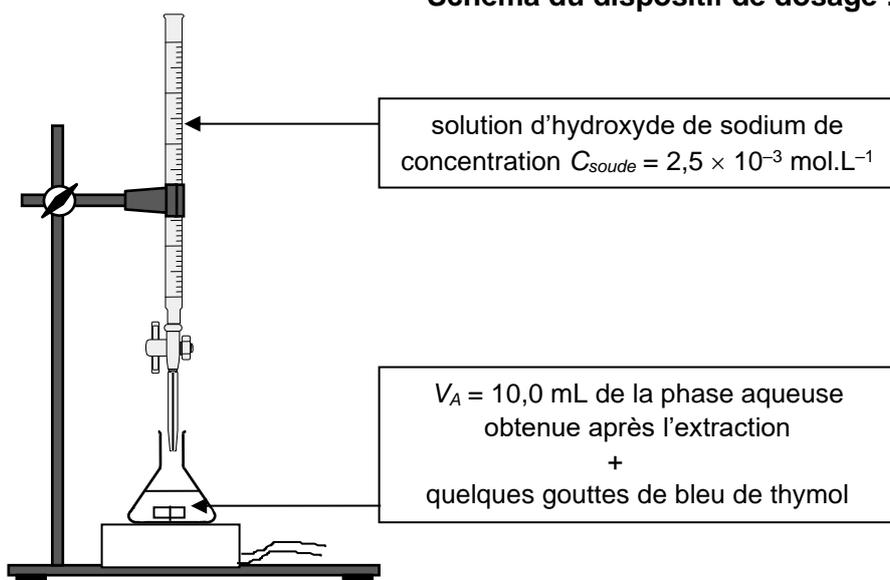
Avant l'extraction, on note $n_{A \text{ initial}}$ la quantité de matière d'acide benzoïque présente dans 10,0 mL de solution aqueuse.

Pour évaluer la quantité de matière $n_{A \text{ restant}}$ d'acide benzoïque restant dans la phase aqueuse après extraction, on procède à un dosage par titrage. On dose un volume $V_A = 10,0$ mL de la phase aqueuse contenant le reste d'acide benzoïque par une solution d'hydroxyde de sodium ($\text{Na}^+(\text{aq}) + \text{HO}^-(\text{aq})$) de concentration $C_{\text{soude}} = 2,5 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$. On ajoute quelques gouttes de bleu de thymol dans le mélange réactionnel.

Réaction support du titrage acido-basique : $\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2\text{H}(\text{aq}) + \text{HO}^-(\text{aq}) \rightarrow \text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2^-(\text{aq}) + \text{H}_2\text{O}(\text{l})$.

Le volume à l'équivalence V_E est déterminé par le changement de couleur du bleu de thymol (jaune à bleu).

Schéma du dispositif de dosage :



Deux titrages successifs doivent être effectués :

- un premier rapide pour repérer le volume équivalent de manière approximative.
- un deuxième plus précis.

3.1/ Noter le volume équivalent V_E versé.

3.2/ A l'aide du volume à l'équivalence V_E , exprimer puis calculer la quantité de matière d'acide benzoïque restant $n_{A \text{ restant}}$ dans le volume prélevé.

4/ Rendement de l'extraction (10 minutes conseillées)

4.1/ Sachant que la concentration en acide benzoïque dans la solution aqueuse avant extraction est de $2,4 \cdot 10^{-2}$ mol/L, exprimer puis calculer la quantité de matière présente $n_{A \text{ initial}}$ d'acide benzoïque présente dans 10,0 mL de la solution aqueuse initiale.

4.2/ Calculer le rendement R de l'extraction.

5/ Analyse des résultats (10 minutes conseillées)

5.1/ L'eau est un solvant très polaire. Après avoir indiqué la formule de Lewis de l'eau ainsi que la géométrie de la molécule, expliquer la polarité de l'eau.

5.2/ La formule de Lewis de l'acide benzoïque est indiquée ci-contre. On peut considérer que la molécule d'acide benzoïque est formée de deux parties bien distinctes, l'une étant polaire, l'autre étant apolaire : repérer, sans justification, sur la formule ci-dessous ces deux parties.

5.3/ A l'aide des deux questions précédentes, expliquer le fait que « l'affinité » entre l'acide benzoïque et l'eau est relativement petite ?

