

TP IV: Extraction Liquide-Liquide**❖ Introduction**

L'extraction liquide-liquide (ELL) est une méthode de séparation qui exploite la différence de solubilité d'un soluté entre deux solvants immiscibles, généralement une phase aqueuse et un solvant organique. Cette technique est couramment utilisée pour isoler des composés spécifiques à partir de mélanges complexes, purifier des substances, ou concentrer des solutions pour d'autres applications analytiques ou synthétiques. En raison de sa simplicité et de son efficacité, l'ELL est une technique de choix dans les laboratoires de chimie pour la séparation des produits organiques et inorganiques.

❖ Mots clés

Extraction liquide-liquide ; Solvant organique ; Solubilité ; Coefficient de partage ; Phase aqueuse ; Phase organique.

❖ Objectifs

L'objectif principal de cette expérience est de transférer l'acide benzoïque de la phase aqueuse à la phase organique en utilisant l'extraction liquide-liquide. Les objectifs spécifiques incluent :

1. Acquérir la compétence nécessaire pour réaliser une extraction liquide-liquide.
2. Déterminer le coefficient de partage du soluté entre deux solvants.
3. Séparer et isoler un composé organique d'une solution aqueuse.
4. Comprendre les principes qui régissent la séparation des phases lors du processus d'extraction.

❖ Matériel & réactifs**❖ Matériel**

- Ampoule à décanter (ou ampoule à extraction)
- Erlenmeyer
- Béchers
- Solution aqueuse d'acide benzoïque (contenant le soluté à extraire)
- Solvant organique non miscible avec l'eau (ex. éther diéthylique, dichlorométhane)
- Support pour l'ampoule
- Agitateur magnétique (facultatif)
- Papier pH
- Réactif révélateur (si nécessaire)
- Balance
- Pipettes

❖ Réactifs

- Solution aqueuse de l'acide benzoïque ($\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$)
- Solvant organique : éther diéthylique ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_3$)
- Bicarbonate de sodium (NaHCO_3)
- Sulfate de magnésium anhydre (MgSO_4)

❖ Principe théorique

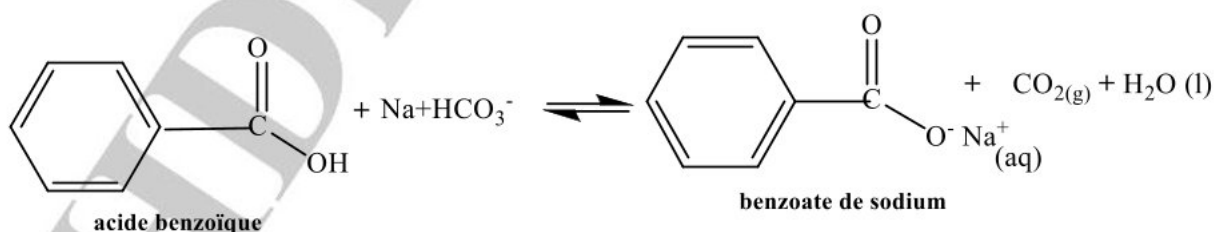
L'extraction liquide-liquide repose sur le transfert d'un soluté dissous entre deux phases non miscibles, telles que l'eau et un solvant organique. Le soluté se répartit entre les deux phases en fonction d'un coefficient de partage, K_p , défini par la relation suivante :

$$K_p = \frac{[\text{Soluté}]_{\text{phase organique}}}{[\text{Soluté}]_{\text{phase aqueuse}}}$$

- L'objectif est de maximiser la concentration du soluté dans la phase organique.
- En pratique, plusieurs extractions successives sont réalisées pour augmenter l'efficacité de l'extraction.

❖ Équation chimique générale (exemple avec l'acide benzoïque)

L'acide benzoïque, étant plus soluble dans la phase organique, est transféré vers celle-ci lors de l'extraction. En présence de bicarbonate de sodium (NaHCO_3), l'acide benzoïque se convertit en son sel, le benzoate de sodium, qui est soluble dans l'eau. La réaction chimique est la suivante :

1. Réaction chimique

Cela permet de transférer l'acide benzoïque de la phase aqueuse vers la phase organique.

Manipulation détaillée**1. Préparation de la solution à extraire :**

- Dissoudre 2 g d'acide benzoïque dans 50 mL d'eau déminéralisée.
- Mesurer le pH de la solution à l'aide de papier indicateur, l'objectif étant d'obtenir un pH acide, avoisinant 3 à 4.
- Transférer la solution obtenue dans une ampoule à décanter.

2. Ajout du solvant organique :

- Ajouter 50 mL d'éther diéthylique à la solution aqueuse d'acide benzoïque.
- Fermer l'ampoule et agiter doucement en effectuant plusieurs inversions successives. Après chaque inversion, ouvrir légèrement le robinet de l'ampoule pour relâcher la pression et éviter l'accumulation de gaz.

3. Séparation des phases :

- Laisser l'ampoule au repos afin que les deux phases se séparent naturellement. Étant donné que l'acide benzoïque est plus soluble dans la phase organique, il se retrouvera dans la couche supérieure, celle contenant l'éther diéthylique.
- Récupérer la phase organique (couche supérieure) dans un bécher propre en ouvrant délicatement le robinet de l'ampoule.

4. Lavage de la phase organique :

- Ajouter 30 mL de bicarbonate de sodium (NaHCO_3) à 5 % à la phase organique pour neutraliser toute trace résiduelle d'acide benzoïque.
- Agiter doucement l'ampoule et relâcher la pression après chaque inversion. Séparer à nouveau les phases, comme indiqué à la Figure IV.3.

5. Séchage de la phase organique :

- Ajouter quelques pincées de sulfate de magnésium anhydre à la phase organique pour éliminer toute humidité résiduelle. Laisser reposer pendant 10 à 15 minutes.

6. Évaporation du solvant :

- Transférer la phase organique dans un bécher propre, puis évaporer l'éther diéthylique sous une hotte ou à l'aide d'un évaporateur rotatif.
- Le poids attendu d'acide benzoïque récupéré est d'environ 1,8 g après l'évaporation du solvant, avec une légère perte possible.

7. Cristallisation (si nécessaire) :

- Si des impuretés demeurent, dissoudre le résidu dans un minimum de solvant chaud (éthanol ou éther diéthylique), puis laisser refroidir pour permettre la recristallisation de l'acide benzoïque.

Notes importantes :

- L'éther diéthylique doit être manipulé sous une hotte aspirante en raison de sa volatilité et de son inflammabilité.
- Il est essentiel de relâcher régulièrement la pression lors de l'agitation pour éviter tout risque lié à une pression excessive dans l'ampoule à décanter.

Conclusion :

Cette méthode permet d'extraire efficacement l'acide benzoïque de la phase aqueuse vers la phase organique (éther diéthylique) et d'obtenir un produit relativement pur après évaporation du solvant.

❖ Montage expérimental

- L'ampoule à décanter, fixée sur un support, permet de séparer les deux phases.
- Une fois séparées, la phase aqueuse est récupérée en premier, suivie de la phase organique (voir figures IV.1 à IV.3).

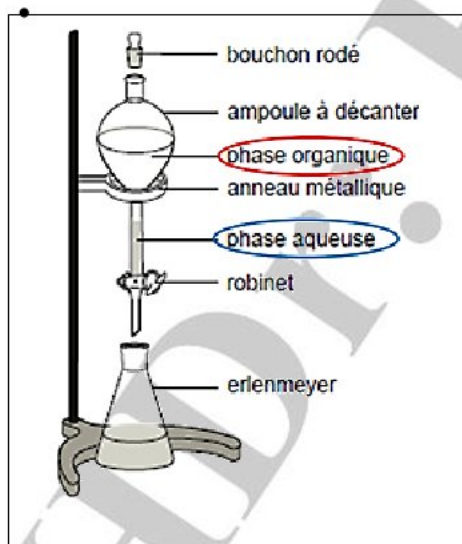


Figure IV.1 : Schéma du dispositif employé pour une extraction Liquide-liquide ou un lavage.



Figure IV.2 : évaporateur Rotatif

Figure IV.3 : Schéma du procédé d'extraction liquide-liquide



Dans ce cas, la phase organique est moins dense que la phase aqueuse. Cependant, lorsque des solvants chlorés sont employés, l'agencement des phases est inversé.

❖ Questions pour le rapport

1. Pourquoi l'éther diéthylique est-il utilisé comme solvant organique dans cette extraction ?
2. Expliquez la réaction chimique entre l'acide benzoïque et le bicarbonate de sodium.
3. Pourquoi est-il conseillé de réaliser plusieurs extractions avec de petites quantités de solvant plutôt qu'une seule extraction avec une grande quantité de solvant ?
4. Comment la phase organique peut-elle être séchée, et pourquoi cette étape est-elle cruciale ?
5. Comment peut-on calculer le coefficient de partage K_p du soluté entre les deux phases ?

❖ Références bibliographiques

1. Al-Masoudi, A. A., & Al-Balushi, K. M. (2021). Liquid-liquid extraction: Fundamentals and applications. *Journal of Chemical Education*, 98(4), 1180-1192. <https://doi.org/10.1021/acs.jchemed.0c01272>
2. Harris, D. C. (2020). *Quantitative chemical analysis* (10th ed.). W.H. Freeman and Company. <https://www.whfreeman.com/analysis>
3. Shoemaker, D. P., & Garland, C. W. (2019). *Experiments in Physical Chemistry* (9th ed.). McGraw-Hill Education.
4. Smith, J. D., & Missen, R. W. (2020). *Introduction to Chemical Engineering Thermodynamics* (8th ed.). McGraw-Hill Education.