

# Travaux pratiques chimie organique L2/SM /Chimie



*UABB*

Dr. BABA AHMED Ikram

Université Abou Bekr Belkaid

Tlemcen

Faculté des Sciences

Département de Chimie

Email : *ikram.  
babaahmed@univ-tlemcen.*

*dz*

1.0

Mars 2024

# Table des matières

<b>Objectifs</b>	<b>3</b>
<b>I - TP01 : Extraction liquide-liquide</b>	<b>4</b>
1. Mise en œuvre pratique .....	4
1.1. Remplissage des ampoules à décanter .....	5
1.2. Maintien des ampoules à décanter .....	5
1.3. Séparation des phases .....	6
1.4. Identification des couches .....	7
1.5. Support supplémentaire .....	7
2. Partie expérimentale .....	7
2.1. Protocole expérimentale .....	7
2.2. Séparation de l'acide benzoïque .....	8
2.3. Séparation du $\beta$ -naphтол .....	8
<b>Abréviations</b>	<b>9</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>10</b>

# Objectifs

- Séparer deux produits constituant un mélange.
- Mettre en relation les différences d'affinité des composés entre deux solvants non-miscibles
- Analyse et caractérisation des produits d'intérêt après isolation.

# I TP01 : Extraction liquide-liquide

L'extraction liquide-liquide (typiquement extraction) est l'une des opérations de base les plus courantes dans le laboratoire de Chimie Organique et permet l'isolement et la purification d'un produit issu d'une réaction chimique. L'extraction peut être définie comme le transfert d'une substance X d'une phase liquide A vers une autre phase liquide B. Les deux solvants doivent être non miscibles, formant ainsi deux phases distinctes. Le partage X entre les phases A et B est donné par l'équation de Nernst :

$$KD = \frac{CB(x)}{CA(x)}$$

Où CB(X) et CA(X) sont respectivement les concentrations de X en B et A, et KD est le coefficient de partage, qui dépend de la température. Cette opération est généralement réalisée entre une solution aqueuse (couche aqueuse) et un solvant non miscible à l'eau (couche organique) à l'aide d'une ampoule à décanter. La position relative des deux couches (supérieure, inférieure) dépend du rapport des densités. Les solvants chlorés ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2^*$ ,  $\text{CHCl}_3^*$ ,  $\text{CCl}_4^*$ , etc.) restent toujours dans la couche inférieure, car elle est plus dense que l'eau. Cependant, d'autres solvants organiques ont généralement des densités inférieures à celles de l'eau (éther diéthylique, acétate d'éthyle, toluène, hexane, etc.) et restent donc toujours dans la couche supérieure. De toute évidence, les solvants miscibles à l'eau ne sont pas utiles pour ce processus, par exemple l'acétone,  $\text{MeOH}^*$ ,  $\text{EtOH}^*$ , etc.<sup>1,2\*</sup>

<b>Solvant</b>	Diéthyloéther	Cyclohexane	Acétate d'éthyle
<b>Densité</b>	0,71	0,78	0,92
<b>Solvant</b>	Eau	Dichlorométhane	Chloroforme
<b>Densité</b>	1	1,34	1,48

*Exemples de densités de solvants sous 1 bar et à 298 K*

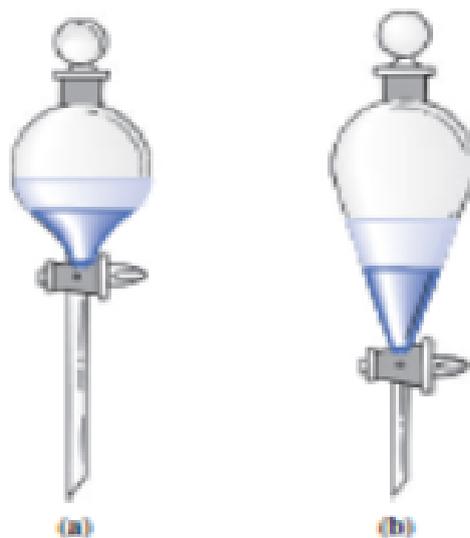
## 1. Mise en œuvre pratique

L'extraction liquide-liquide est réalisée à l'échelle du laboratoire avec une ampoule à décanter, un récipient conique ou en forme de poire avec un bouchon en verre dépoli sur le dessus et un robinet qui relie le récipient à

un tube de sortie se terminant par un chanfrein. Pour une extraction réussie, les étapes suivantes sont nécessaires :3\*,4\*

### 1.1. Remplissage des ampoules à décanter

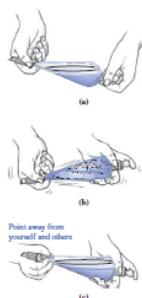
Le robinet doit être fermé et un bécher propre placé sous l'entonnoir avant d'ajouter des liquides dans l'ampoule à décanter au cas où le robinet fuirait ou ne serait pas complètement fermé. Une ampoule à décanter **ne doit jamais être rempli à plus des trois quarts**. L'ouverture supérieure de l'ampoule à décanter est ensuite bouchée avec un bouchon en verre dépoli, en plastique ou en caoutchouc ; la plupart des ampoules à décanter sont désormais équipés d'un bouchon en verre dépoli ou en plastique.



Ampoule à décanter : (a) coniques ;(b) en forme de poire.

### 1.2. Maintien des ampoules à décanter

Si le contenu de l'ampoule doit être secoué, celle-ci doit être maintenue d'une manière spécifique. Si l'utilisateur est droitier, le bouchon doit être placé contre la base de l'index de la main gauche et l'ampoule saisie avec les deux premiers doigts et le pouce. Le pouce et les deux premiers doigts de la main droite peuvent ensuite être enroulés autour du robinet. Le maintien de l'ampoule de cette manière permet de maintenir fermement le bouchon et le robinet en place pendant l'agitation. Une personne gauchère pourrait trouver plus facile d'utiliser la main opposée pour chaque position. Si vous avez la chance d'être ambidextre, faites votre choix !

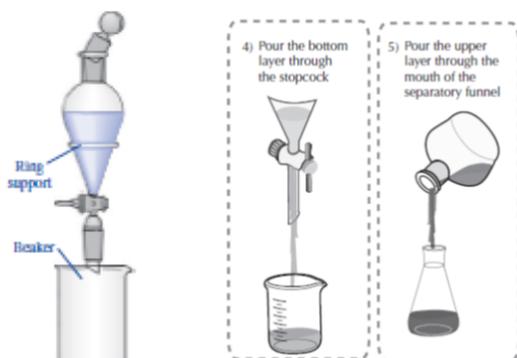


(a) Méthode appropriée pour détenir l'ampoule à décanter. (b) Secouera l'ampoule à décanter. (c) Dégazer

### 1.3. Séparation des phrases

L'ampoule à décanter et son contenu doivent être secoués pour mélanger le plus intimement possible les liquides non miscibles. Le processus d'agitation augmente la surface de contact entre les liquides non miscibles afin que la répartition équilibrée du soluté entre les deux couches soit rapidement atteinte ; cependant, une agitation trop vigoureuse ou prolongée peut produire des émulsions (voir ci-dessous). L'ampoule doit être purgée toutes les quelques secondes pour éviter l'accumulation de pression à l'intérieur de l'entonnoir. Le dégazage s'effectue en inversant l'ampoule avec le robinet pointant vers le haut et loin de vous et de vos collègues voisins et en l'ouvrant lentement pour relâcher toute pression. Le dégazage est particulièrement importante lors de l'utilisation de solvants volatils à faible point d'ébullition tels que l'éther diéthylique ou le chlorure de méthylène ; cela est également nécessaire chaque fois qu'un acide est neutralisé avec du carbonate de sodium ou du bicarbonate de sodium, car du CO<sub>2</sub> est produit. Si l'ampoule n'est pas ventilé fréquemment, le bouchon peut exploser accidentellement ; dans des circonstances extrêmes, l'ampoule pourrait exploser. L'entonnoir est ensuite soutenu sur un anneau de fer et les couches peuvent se séparer. La couche inférieure dans l'entonnoir de séparation est ensuite soigneusement distribuée dans un flacon à travers le robinet tout en surveillant l'interface entre les deux couches. Si de petites quantités de matières insolubles s'accumulent à la limite entre les couches et rendent difficile la visualisation de cette interface, il est préférable d'éliminer ces solides avec la couche liquide indésirable ; une petite quantité de la couche souhaitée est inévitablement perdue par cette procédure. Une procédure alternative consiste à éliminer les solides par filtration par gravité ou sous vide avant de séparer les couches.

#### Séparation des phrases



## 1.4. Identification des couches

Il est important de déterminer laquelle des deux couches d'une ampoule à décantation est la couche aqueuse et laquelle est la couche organique. Étant donné que les couches doivent se séparer de manière à ce que le solvant le plus dense se trouve au fond, la connaissance des densités des liquides séparés fournit un indice important quant à l'identité de chaque couche. Cette généralisation n'est cependant pas infaillible, car une concentration élevée d'un soluté dans une couche peut inverser les densités relatives des deux liquides. Vous ne devez pas confondre l'identité des deux couches dans l'ampoule pour éviter de jeter la couche contenant votre produit. Les deux couches doivent toujours être conservées jusqu'à ce qu'il n'y ait aucun doute sur l'identité de chacune et que le produit souhaité ait été isolé. Étant donné que l'une des couches est généralement aqueuse et l'autre organique, il existe une méthode simple et infaillible pour identifier les deux couches. Prélever quelques gouttes de la couche supérieure à l'aide d'une pipette et ajouter ces gouttes à environ 0,5 mL d'eau dans un tube à essai. Si la couche supérieure est aqueuse, ces gouttes seront miscible avec l'eau du tube à essai et se dissoudra, mais si la couche supérieure est organique, les gouttelettes ne se dissoudront pas.

### ⊕ Complément : Relargage

---

Un sel (très souvent **chlorure de sodium** NaCl) peut être ajouté à la phase aqueuse, ce qui modifie l'équipe de partage. Cette étape, appelée **relargage**, permet de **diminuer la solubilité** du produit d'intérêt dans la phase aqueuse et accessoirement de mobiliser les molécules d'eau encore piégées dans la phase organique (déshydratation de la phase organique).<sup>2\*</sup>

## 1.5. Support supplémentaire

Veuillez consulter le document ci-joint.

[cf. Extraction liquide-liquide]

## 2. Partie expérimentale

La séparation de l'acide et de dérivé phénolique est basée sur leur différence d'acidité. Les dérivés phénoliques sont des acides très faibles qui ne perdent un proton qu'avec des bases fortes, tandis que les acides carboxyliques, relativement fort, perdent un proton avec une solution de carbonate de sodium (base faible).

### 2.1. Protocole expérimentale

Le dichlorométhane ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2^*$ ), très bon solvant organique, dissout à froid le  $\beta$ -naphtol et l'acide benzoïque qui sont insoluble dans l'eau. La base conjuguée de l'acide benzoïque, le benzoate de sodium est soluble dans l'eau et insoluble dans le dichlorométhane.

#### 🔗 Remarque

---

On peut utiliser l'acétate d'éthyle comme solvant organique à la place du dichlorométhane (il dissout à froid le  $\beta$ -naphtol et l'acide benzoïque).

## 2.2. Séparation de l'acide benzoïque

Verser 20 mL de la solution contenant les produits à séparer dans une ampoule à décanter et ajouter 10 mL d'une solution de  $\text{Na}_2\text{CO}_3^*$  (base faible) à 10 %, agiter plusieurs fois, diriger le robinet vers une paroi (**attention aux projections sur les voisins ou sur les documents**) et ouvrir doucement le robinet pour dégazer, ceci afin d'éviter les surpressions produites par la libération de  $\text{CO}_2^*$ , formé lors de la réaction de neutralisation.

Laisser reposer et après décantation, recueillir la phase aqueuse dans un bécher de 250 mL. On traite ainsi 3 fois la phase organique avec la solution de  $\text{Na}_2\text{CO}_3^*$  à 10 %. La 4ème fraction est recueillie séparément et en additionnant quelques gouttes d'acide chlorhydrique concentré (HCl), on vérifie qu'il ne précipite plus d'acide benzoïque.

Après avoir rassemblé les 3 autres fractions, on ajoute goutte à goutte de l'acide chlorhydrique concentré, jusqu'à  $\text{pH} = 1$ .

L'acide benzoïque qui a précipité est filtré, lavé et essoré sur un entonnoir ou büchner.

Sécher le solide obtenu et le peser. En déduire la masse d'acide benzoïque contenu dans la solution initiale.

## 2.3. Séparation du $\beta$ -naphтол

La séparation du  $\beta$ -naphтол peut être opérée à l'évaporateur rotatif, de la façon suivante : la phase organique précédente (récupérée dans la 1ère partie) est placée dans une ampoule à décanter, puis lavée avec 15 mL d'eau. Après séparation des 2 phases, sécher la phase organique sur  $\text{MgSO}_4^*$ , filtrer et évaporer l'acétate d'éthyle ou le dichlorométhane dans l'évaporateur rotatif. Le  $\beta$ -naphтол est récupéré à l'aide d'une spatule, mis à sécher à l'étuve puis peser.

### Remarque

---

Un **desséchant** est un composé capable d'absorber les dernières traces d'eau présente dans un solide ou un liquide. Le séchage est essentiel car des traces de solvant peuvent jouer un rôle important sur la détermination de la pureté du composé synthétisé. Outre les desséchants chimiques, il est possible d'effectuer un séchage par voie physique en utilisant un dessiccateur ou une étuve.

Le plus utilisé est le sulfate de magnésium anhydre  $\text{MgSO}_4$  en raison de son fort pouvoir desséchant et de sa polyvalence.

# Abréviations

**CCl<sub>4</sub>** : Tétrachlorométhane

**CCM** : Chromatographie sur Couche Mince

**CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>** : Dichlorométhane

**CHCl<sub>3</sub>** : Chloroforme

**CO<sub>2</sub>** : Dioxyde de carbone

**EtOH** : Éthanol

**H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>** : Acide sulfurique

**KMnO<sub>4</sub>** : Permanganate de potassium

**MeOH** : Méthanol

**MgSO<sub>4</sub>** : Sulfate de magnésium

**Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>** : Carbonate de sodium

**R<sub>f</sub>** : Rapport frontal

**UV** : ultraviolet

# Bibliographie

J.A.D. Joaquín Isac-García, Francisco G. Calvo-Flores, Henar Martínez-García, Experimental organic chemistry \_ laboratory manual-, 2016.

S.C. Anne-Sophie Bernard, Matthieu Emond, Hélène Monin-Soyer, Jérôme Quérard Techniques expérimentales en chimie - Classes prépas et concours 3e éd. - Travaux pratiques, 2018.

S.F.M. John C. Gilbert, Experimental Organic Chemistry\_ A Miniscale and Microscale Approach, 2010.

S.F.M. John C. Gilbert, Experimental Organic Chemistry- A Miniscale and Microscale Approach-, 2016.