

TP 01

EXTRACTION



Universite ABB Tlemcen

Dr.Siham YEBDRI

Université Abou Bakr Belkaid
de Tlemcen

Faculté des sciences

Département de chimie

Email : *sihem.yebdri@gmail.com*

1.0

Mai 2024

Table des matières

Objectifs	3
Introduction	4
I - TP 01 : EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE	5
1. I. PARTIE THEORIQUE	5
1.1. 2.Extraction liquide-liquide	5
2. Principe du TP	5
3. Matériels utilisés	5
3.1. Schéma	6
4. II. PARTIE EXPERIMENTALE	6
5. 1ere étape : Séparation de l acide benzoïque	7
6. 2eme étape : Séparation du β -naphtol	7
7. III. QUESTIONS	8
7.1. Évaluation du TP 01	8

Objectifs

L'**objectif** est de récupérer très sélectivement des éléments chimiques parmi d'autres. Par ailleurs ça permet aux apprenants de traiter un mélange homogène ou non de liquides ou solides par un solvant pur dans le but d'en **extraire un constituant solide ou liquide**. Quand le mélange de composés est simplement mis en contact avec un solvant approprié, on parle **d'extraction** discontinue.

Introduction

PRE-REQUIS

L'étudiant doit pouvoir adapter sa connaissance des principes généraux de *l'extraction liquide-liquide* à des différentes solutions.

Proposer des questions de TP pour effectuer un travail de groupe afin de répondre aux différents problèmes posés pendant la séance.

I TP 01 : EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE

1. I. PARTIE THEORIQUE

1. Définition :

L'extraction liquide-liquide est l'une des techniques de préparation d'échantillons les plus anciennes. C'est une opération fondamentale de transfert de matière entre deux phases liquides non miscibles, sans transfert de chaleur.

Cette technique permet d'extraire une substance dissoute dans un solvant, à l'aide d'un autre solvant, appelé solvant d'extraction, dans lequel elle est plus soluble. Le solvant initial et le solvant d'extraction ne doivent pas être miscibles.

L'extraction liquide-liquide est réalisée par le contact intime du solvant avec la solution dans des appareils destinés à mélanger les deux phases (ampoules, colonnes, mélangeurs). La séparation des phases s'obtient par décantation gravimétrique ou centrifuge[1].

1.1. 2.Extraction liquide-liquide

Consiste à faire passer un produit d'un solvant dont il est difficile à séparer (eau) à un autre solvant dont il sera facilement isolable (solvant organique).

1.1.1. 3.Décantation

Procédé permettant la séparation de deux phases liquides non-miscibles de densités différentes. Leur séparation s'effectue sous l'action de la pesanteur, en les laissant reposer après avoir retiré le bouchon.

2. Principe du TP

Cette séparation est basée sur les différences de propriétés chimiques des composés.

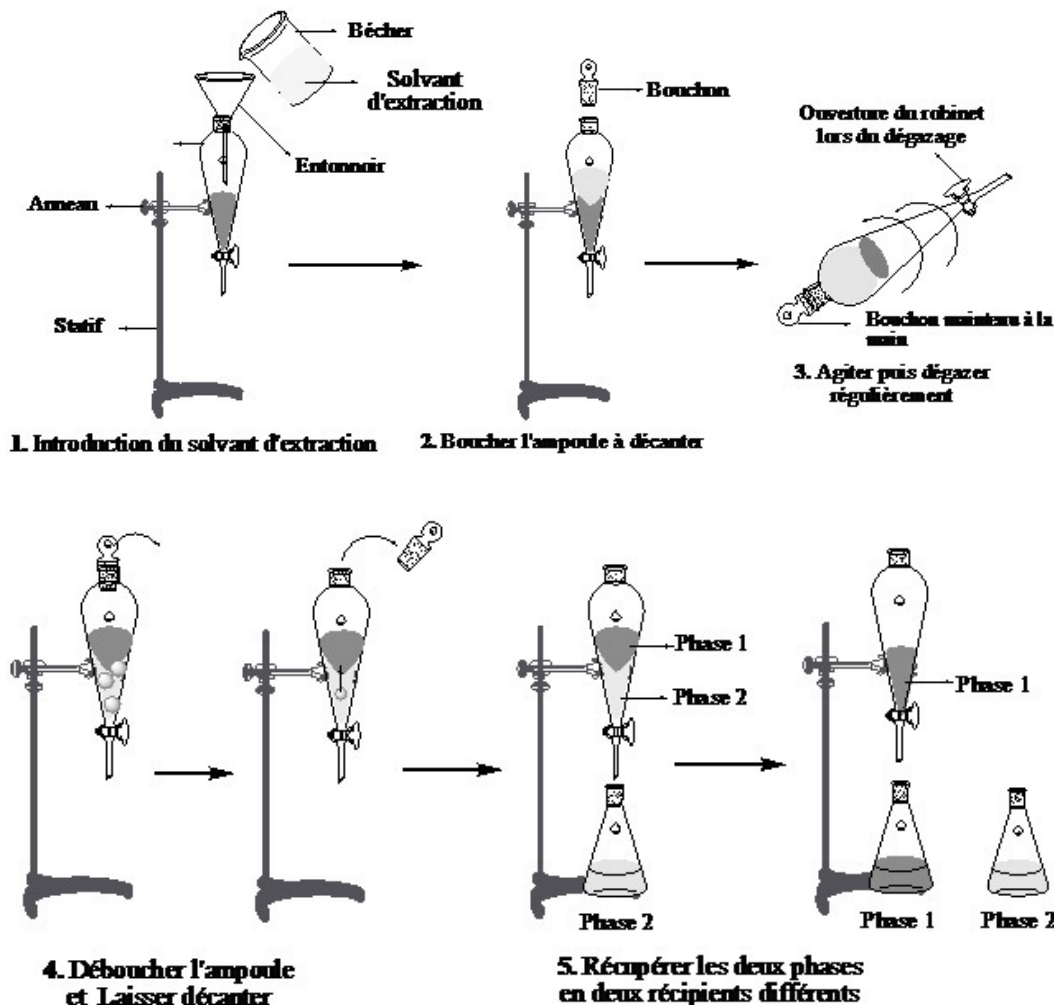
Il s'agit du mélange d'un acide carboxylique et d'un phénol en solution dans l'acétate d'éthyle (ou le dichlorométhane).

3. Matériels utilisés

Ampoule à décanter / Bouchon / Anneau (support de l'ampoule) / statif / Entonnoir / Becher ou erlenmeyer

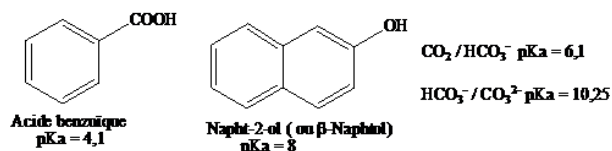
3.1. Schéma

Protocole d'extraction liquide-liquide à l'aide d'une ampoule à décanter



4. II. PARTIE EXPERIMENTALE

La séparation de l'acide et du phénol est basée sur leur différence d'acidité. Les phénols 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).



Le dichlorométhane (CH_2Cl_2), très **bon solvant organique** (on peut utiliser aussi l'acétate d'éthyle), dissout à froid le β-naphtol ainsi que l'acide benzoïque qui sont insolubles dans l'eau. Le benzoate de sodium (base conjuguée de l'acide benzoïque) est soluble dans l'eau et insoluble dans le dichlorométhane.

5. 1ere étape : 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 Na_2CO_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 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 Na_2CO_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.

6. 2eme étape : Séparation du β -naphtol

- La séparation du β -naphtol peut être opérée à l'évaporateur rotatif, de la façon suivante : la phase organique précédente (récupérée dans la 1ère partie) est lacée dans une ampoule à décanter, puis lavée avec 15 mL d'eau.

- Après séparation des 2 phases, sécher la phase organique sur MgSO_4 , filtrer et évaporer l'acétate d'éthyle ou le dichlorométhane dans l'évaporateur rotatif. Le β -naphtol 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 MgSO_4 en raison de son fort pouvoir desséchant et de sa polyvalence.

7. III. QUESTIONS

7.1. Évaluation du TP 01

Questions

1- Donner le but et le principe du TP.

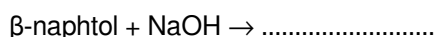
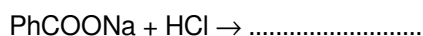
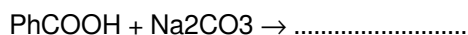
2- Indiquer la solubilité des composants du mélange dans les solvants (eau, acétate d'éthyles ou dichlorométhane).

3- Quel paramètre permet de distinguer entre les deux phases (organique et aqueuse) afin de déterminer leur position dans l'ampoule à décanter ?

4- Donner deux exemples de solvants non-miscibles ?

5- Pourquoi assèche-t-on la phase organique par un agent desséchant ?

6- Compléter les réactions suivantes :



¶ Syntaxe : Réponses

1- Donner le but et principe du TP.

But : Extraction liquide-liquide de l'acide benzoïque et de β -naphtol.

Le principe de cette méthode d'extraction liquide-liquide repose sur l'affinité de la différence de solubilité de deux substances dans deux solvants différents non-miscibles.

Dans ce TP, en se basant sur la différence d'acidité des deux produits d'acide benzoïque et de β -naphtol.

2- Indiquer la solubilité des composants du mélange dans les solvants (eau, acétate d'éthyles ou dichlorométhane).

Comme l'indique le tableau ci-dessous :

Solvants	Acide benzoïque	β -naphtol
CH_2Cl_2 ou AcOEt	S	S
H_2O	Insol	Insol

3- Quel paramètre permet de distinguer entre les deux phases (organique et aqueuse) afin de déterminer leur position dans l'ampoule à décanter ?

Le paramètre qui fait la différence entre les deux phases hétérogènes est la densité.

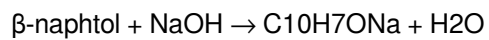
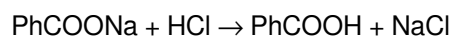
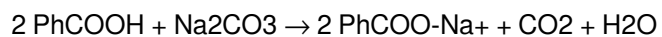
4- Donner deux exemples de solvants non-miscibles ?

Eau-acétate d'éthyle / Eau-DCM ou Hexane / Eau-Essence

5- Pourquoi assèche-t-on la phase organique par un agent desséchant ?

Pour éliminer toute trace d'eau présente dans la phase organique, le plus utilisé le sulfate de magnésium anhydre MgSO_4

6- Compléter les réactions suivantes :



7. Conclusion:

L'extraction liquide-liquide est une technique de séparation largement utilisée à l'échelle industrielle et dans des domaines aussi variés