

Extraction liquide-liquide

Séchage d'une phase organique

□ Extraction liquide-liquide

- Principe

Certaines espèces chimiques peuvent être extraites ou séparées d'un mélange à l'aide d'un solvant convenablement choisi. Cette opération s'appelle **l'extraction liquide/liquide**. Pour pouvoir réaliser une extraction, le solvant ajouté doit être **non miscible** au solvant contenant les espèces à séparer. Cela se traduit par l'apparition d'une nouvelle phase. Il suffit ensuite de séparer mécaniquement les deux phases, grâce à une ampoule à décanter.

L'extraction liquide-liquide repose sur la **différence d'affinité** d'un produit d'intérêt A entre deux phases liquides non miscibles de densité différente : une **phase aqueuse** et une **phase organique**.

La répartition du produit entre ces deux phases est décrite par un équilibre de partage :

$$A_{aq} = A_{org}$$

caractérisé par une constante thermodynamique : le coefficient de partage.

$$K = [A_{org}]_{eq} / [A_{aq}]_{eq}$$

- Vocabulaire

Extraction : l'extraction liquide-liquide consiste à faire passer une substance d'un solvant dans un autre. Cette opération est réalisée par agitation dans une ampoule à décanter et est possible uniquement si les deux solvants sont très peu miscibles.

Décantation : procédé permettant la séparation de deux phases liquides non (ou très peu) miscibles de densités différentes : en générale, l'une des phases est aqueuse, l'autre organique. Leur séparation s'effectue sous l'action de la pesanteur, en les laissant reposer.

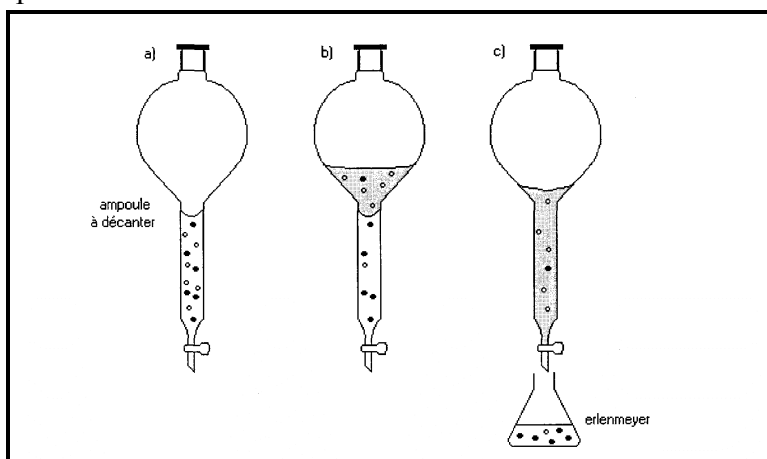
- Mise en œuvre pratique

Considérons une substance organique en solution dans l'eau (phase aqueuse S1). Pour extraire cette substance, il faut choisir un solvant S2, non miscible à l'eau et dans lequel cette substance organique est plus soluble.

Réalisation de l'extraction (de la substance organique de la phase aqueuse) :

- Disposer l'ampoule sur l'anneau, fermer le robinet
- Placer en dessous un récipient de rétention

- Introduire par le haut et grâce à un entonnoir à liquide la phase aqueuse S1 et le solvant d'extraction S2.
- Fermer par un bouchon rôdé graissé
- Tenir l'ampoule au niveau du robinet et au niveau du bouchon.
- Retourner une fois l'ampoule et robinet en l'air, ouvrir ce dernier pour éviter les phénomènes de surpression.
- Refermer, agiter, ouvrir le robinet....
- Replacer l'ampoule sur l'anneau et laisser reposer jusqu'à obtention d'une surface de séparation nette entre les deux phases. Ouvrir le robinet et recueillir S1 dans un erlenmeyer puis S2 dans un second.
- Grâce à l'agitation, la substance organique est en partie passée dans le solvant S2 dans lequel elle est plus soluble. Il est possible d'extraire à nouveau le composé organique restant en partie dans S1.



Le processus d'extraction :

- La solution aqueuse (en blanc) contient un mélange de deux produits (représentés par des sphères noires et blanches)
- Le solvant d'extraction (zone grise) a été ajouté et agité vigoureusement avec la solution aqueuse. Le produit représenté par les sphères blanches a été extrait par le solvant organique.
- La phase aqueuse (ne contenant plus que le produit symbolisé par les sphères noires) plus dense est récupérée dans un erlenmeyer.

• Remarques



EST-IL PREFERABLE DE FAIRE UNE EXTRACTION OU N EXTRACTIONS ?

Le calcul montre qu'il vaut mieux procéder à N extractions successives avec une quantité V de solvant à chaque extraction plutôt qu'à une seule extraction avec un volume $N \cdot V$ de solvant (en général on effectue deux à trois extractions).



DIFFERENCE ENTRE EXTRACTION ET « LAVAGE » D'UNE PHASE ORGANIQUE ?

Lorsque le but est de récupérer A dans un solvant S, on dit que l'on fait une **extraction de A** initialement présent dans un solvant S' (cela suppose que A est bien plus soluble dans S que dans S').

Lorsque le but est d'éliminer A de S (impureté), on dit que l'on réalise un **lavage de la phase S** par un solvant S' pour éliminer A de S. Techniquement, on procède de la même façon que pour une extraction en veillant à la phase présente dans l'ampoule...

Ainsi, le lavage d'une phase organique nécessite :

- De réintroduire la phase organique dans l'ampoule à décanter
- De rajouter le solvant « de lavage » : en général l'eau ou une solution aqueuse contenant un sel inorganique (voire une solution acide ou basique).
- Procéder à la séparation des phases comme pour une extraction (voir ci-dessus).



Astuces

Comment identifier phase aqueuse et phase organique ?

Les deux phases sont souvent incolores. Pour les identifier, on peut introduire quelques gouttes d'eau pour voir à quelle phase elles s'ajoutent.

DIFFICULTES DE SEPARATION

Il peut arriver que la surface de séparation entre les deux phases ne soit pas nette ou qu'il se forme une **émulsion** (fines gouttelettes d'une phase suspendues dans l'autre phase).

Quelques solutions à essayer :

- ☐ faire pivoter l'ampoule autour de son axe au niveau de la partie inférieure.
- ☐ introduire une baguette de verre pour agiter
- ☐ ajouter du solvant organique ou de l'eau
- ☐ en ajoutant une solution saturée de chlorure de sodium pour augmenter la densité de la phase aqueuse (si celle-ci est dessous)
- ☐ attendre car une émulsion est thermodynamiquement instable.



ET APRES ????

- ☐ Séchage de la phase organique
- ☐ Evaporation du solvant...

❑ Séchage de la phase organique

- Principe

Eliminer toute trace d'eau présente en phase organique grâce à un sel inorganique anhydre.

Afin d'éliminer les traces d'eau restant dans la phase organique obtenue après extraction liquide/liquide, « on sèche » la phase organique en y ajoutant un **agent desséchant**. Il s'agit d'un solide ionique et se trouvant initialement anhydre. L'ajout à la phase organique contenant des traces d'eau entraîne l'hydratation de ce sel et la disparition progressive des molécules d'eau dans le solvant organique. Les principaux sels desséchants sont donnés ci-dessous.

nom	formule
Sulfate de magnésium anhydre	MgSO_4
Sulfate de sodium anhydre	Na_2SO_4
Sulfate de calcium anhydre	CaSO_4

- Protocole expérimental

- Prélever une pointe de spatule de desséchant.
- Introduire le sulfate de magnésium anhydre dans la phase organique. Les grains « gonflent » et restent collés entres eux et au fond du bécher lorsqu'on le secoue.
- Agiter, rajouter du sel si la totalité de celui-ci s'est hydraté. Pour voir si la phase organique est déshydratée, on ajoute du sel jusqu'à ce que les grains rajoutés ne collent plus.
- Procéder à une filtration sur filtre plissé. but : récupérer la phase organique

 **ET APRES ????**

❑ On obtient une phase organique anhydre. On va éliminer le solvant de réaction et/ou d'extraction à l'aide d'un évaporateur rotatif