

TP 3 : Coefficient de partage et extraction liquide-liquide

Capacités expérimentales travaillées :

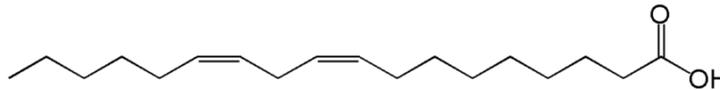
- ☑ Réaliser une extraction liquide-liquide. Identifier la nature des phases dans une ampoule à décanter. Distinguer extraction et lavage d'une phase. Comprendre l'importance du relavage.
- ☑ Mettre en œuvre et exploiter un protocole expérimental correspondant à un titrage direct
- ☑ Choisir et utiliser un indicateur coloré

Fiches méthode à consulter :

- ☑ Dosages et Titrages
- ☑ Extraction liquide-liquide

L'acide benzoïque est un **acide carboxylique aromatique** qui dérive du benzène. Il est utilisé comme **conservateur** pour plusieurs boissons ou desserts sucrés (additif E210), ou encore comme **précurseur de colorants et de parfums**. Il est donc produit industriellement à de très importants tonnages.

Pour extraire l'acide benzoïque d'une solution aqueuse, le solvant le plus généralement utilisé est le diéthyléther. Cependant, afin de rendre le procédé plus vert, d'autres solvants peuvent être envisagés, notamment l'huile de tournesol. L'huile de tournesol est principalement constituée d'acide linoléique :



Objectif : Déterminer la constante de partage huile/eau de l'acide benzoïque.
Comprendre l'intérêt du relavage et des extractions multiples.

Document 1 : Matériel et produits à disposition

Liste de matériel

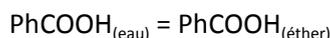
- Ampoule à décanter de 250 mL (x2)
- Bêchers de 150 mL (x1) et de 50 mL (x5)
- Eprouvette graduée de 50 mL
- Pipette jaugée de 25 mL et de 10 mL
- Propipette
- Burette graduée 25 mL
- Agitateur magnétique
- Balance électronique

Produits chimiques

Produits	Pictogrammes
Hydroxyde de sodium <ul style="list-style-type: none">- Solution 1 de concentration $C_{S1} = 2,00 \times 10^{-2} \text{ mol. L}^{-1}$- Solution 2 de concentration $C_{S2} = 4,00 \times 10^{-3} \text{ mol. L}^{-1}$	
Acide benzoïque (solution S_A préparée en dissolvant environ 2,9 g d'acide benzoïque dans 900 mL d'eau)	
Chlorure de sodium	
Huile de tournesol	

Document 2 : Constante de partage K et rendement d'extraction ρ (ne PAS apprendre les formules par cœur)

De nombreuses espèces chimiques possèdent des solubilités différentes dans divers solvants. Par exemple, l'acide benzoïque PhCOOH est à la fois soluble dans l'eau et le diéthyléther, deux solvants non miscibles. Quand ces deux solvants sont en contact, l'acide benzoïque que l'on introduit se partage entre les deux phases selon l'équilibre thermodynamique :



Définition : Constante de partage K

La constante thermodynamique de cet équilibre est appelée constante de partage éther / eau, et notée K.

Définition : Rendement d'extraction ρ

Lors d'une extraction liquide/liquide, on définit de plus le rendement d'extraction ρ par le rapport entre la quantité de produit extrait et la quantité initial de produit :

$$\rho = \frac{n_{\text{PhCOOH}}^{\text{extrait}}}{n_{\text{PhCOOH}}^{\text{initial}}}$$

Lien entre ρ et K :

Soit une extraction avec un volume de phase organique V_{orga} et un volume de phase aqueuse V_{aq} . Alors :

$$K = \frac{\frac{n_{\text{PhCOOH}}^{\text{extrait}}}{V_{\text{orga}}}}{\frac{n_{\text{PhCOOH}}^{\text{initial}} - n_{\text{PhCOOH}}^{\text{extrait}}}{V_{\text{aqueux}}}} \quad \text{et} \quad \rho = \frac{n_{\text{PhCOOH}}^{\text{extrait}}}{n_{\text{PhCOOH}}^{\text{initial}}} = \frac{K \times V_{\text{orga}}}{V_{\text{aq}} + K \times V_{\text{orga}}}$$

Rendement de n extractions successives ρ_n :

Si on réalise n extractions successives d'une solution aqueuse, on peut montrer que le rendement d'extraction total ρ_n et le rendement ρ sont reliés par la relation :

$$1 - \rho_n = (1 - \rho)^n$$

Document 3 : Quelques données sur l'acide benzoïque

Formule brute : $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$

Masse molaire : $M = 122,0 \text{ g/mol}$

Constante d'acidité de l'acide benzoïque : $\text{p}K_A (\text{PhCOOH}/\text{PhCOO}^-) = 4,19$

Préparation théorique (à faire avant de venir en TP) :

1. Expliquer en quelques mots pourquoi l'eau et l'huile de tournesol ne sont pas miscibles.
2. Expliquer en quelques mots pourquoi l'acide benzoïque est plus soluble dans l'huile de tournesol que dans l'eau.
3. Proposer les grandes lignes d'un protocole permettant de déterminer la constante de partage de l'acide benzoïque entre l'eau et l'huile de tournesol, à partir du matériel qui sera à votre disposition.
4. Quelle propriété de l'acide benzoïque peut-on utiliser pour le faire intervenir dans une réaction de titrage ? Proposer un réactif simple pour faire cette réaction au laboratoire.
5. Citer 3 techniques que l'on pourrait utiliser pour détecter l'équivalence du titrage. Pour chacune de ces techniques, expliquer comment l'équivalence sera détectée.
6. Prévoir le volume équivalent attendu lors d'un tel titrage, pour une prise d'essai $V_{\text{essai}} = 10 \text{ mL}$.

Démarche de résolution :

- ① Déterminer la concentration de la solution initiale d'acide benzoïque
- ② Déterminer la concentration en acide benzoïque après une première extraction
- ③ Déterminer la concentration en acide benzoïque après un relargage
- ④ Déterminer la concentration en acide benzoïque après une deuxième extraction (si vous avez le temps)



Pour avoir le temps de faire l'ensemble des manipulations, les deux membres du binôme vont devoir se répartir les rôles ! Commencer par effectuer ces deux manipulations en parallèle :

Simple extraction

- Prélever 50 mL de la solution S_A à l'aide de pipettes jaugées.
- Introduire la solution obtenue dans une ampoule à décanter de 250 mL et ajouter 50 mL d'huile de tournesol prélevée à l'aide d'une éprouvette graduée.
- Agiter vigoureusement l'ampoule à décanter pendant environ 1 minute en dégazant régulièrement.
- Laisser décanter en chronométrant la décantation et collecter la phase aqueuse dans un bécher de 50 mL.

Importance du relargage

- Prélever 50 mL de la solution S_A à l'aide de pipettes jaugées. Transvaser la solution dans un bécher et ajouter environ 2 g de chlorure de sodium. Placer sous agitation magnétique jusqu'à dissolution totale du chlorure de sodium.
- Introduire la solution obtenue dans une ampoule à décanter de 250 mL et ajouter 50 mL d'huile de tournesol prélevé à l'aide d'une éprouvette graduée.
- Agiter vigoureusement l'ampoule à décanter pendant environ 1 minute en dégazant régulièrement.
- Laisser décanter en chronométrant la décantation et collecter la phase aqueuse dans un bécher de 50 mL.

① Détermination de la concentration de la solution initiale en acide benzoïque

Le titrage suivant a été simulé en utilisant Dozzaqueux, ce qui a permis de déterminer que le pH autour de l'équivalence est d'environ 8.

Au laboratoire, plusieurs indicateurs colorés sont disponibles :

Indicateur coloré	pK_A	Zone de virage	Couleur HIn / Couleur IN^-
Pourpre de bromocrésol	6,4	5,2-6,8	jaune / pourpre
Bleu de bromothymol	7,10	6,0 - 7,6	jaune / bleu
Bleu de thymol	9,2	8,0 - 9,6	jaune / bleu

☒ Déterminer l'indicateur coloré à utiliser pour ce titrage.

Doser 10 mL de la solution S_A en présence d'un indicateur coloré à l'aide d'une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium de **concentration** $C_{S1} = 2,00 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$.

☒ Déterminer la concentration de la solution S_A d'acide benzoïque.

② Déterminer la concentration en acide benzoïque après une première extraction

Simple extraction

Prélever 10 mL de cette phase aqueuse et titrer l'acide benzoïque présent grâce à une solution d'hydroxyde de sodium de **concentration** $C_{S_2} = 4,00 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$.

- ☐ Déterminer la concentration de l'acide benzoïque dans la phase aqueuse après une simple extraction.
- ☐ Calculer le coefficient de partage de l'acide benzoïque entre l'eau et l'huile de tournesol.
- ☐ En utilisant les informations du **document 2**, en déduire le rendement de cette extraction.

③ Déterminer la concentration en acide benzoïque après un relargage

Importance du relargage

Prélever 10 mL de cette phase aqueuse et titrer l'acide benzoïque présent grâce à une solution d'hydroxyde de sodium de **concentration** $C_{S_2} = 4,00 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$.

- ☐ Déterminer la concentration de l'acide benzoïque dans la phase aqueuse.
- ☐ Calculer le coefficient de partage de l'acide benzoïque entre l'eau et l'huile de tournesol, dans ce cas. Conclure quant à l'intérêt du relargage.

④ Déterminer la concentration en acide benzoïque après une deuxième extraction (à faire en plus si vous avez le temps)

Double extraction

Prélever 50 mL de la solution S_A à l'aide de pipettes jaugées.
Introduire la solution obtenue dans une ampoule à décanter de 250 mL et ajouter 25 mL d'huile de tournesol prélevée à l'aide d'une éprouvette graduée.
Agiter vigoureusement l'ampoule à décanter pendant environ 1 minute en dégazant régulièrement.
Laisser décanter en chronométrant la décantation et collecter la phase aqueuse dans un bécher de 50 mL.
Placer la phase organique dans un bécher de 50 mL.
Introduire la phase aqueuse dans une ampoule à décanter de 250 mL et ajouter 25 mL d'huile de tournesol prélevée à l'aide d'une éprouvette graduée.
Agiter vigoureusement l'ampoule à décanter pendant environ 1 minute en dégazant régulièrement.
Laisser décanter en chronométrant la décantation et collecter la phase aqueuse dans un bécher de 50 mL.
Prélever 10 mL de cette phase aqueuse et titrer l'acide benzoïque présent grâce à une solution d'hydroxyde de sodium de **concentration** $C_{S_2} = 4,00 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$.

- ☐ Déterminer la concentration de l'acide benzoïque dans la phase aqueuse.
- ☐ Calculer le pourcentage d'acide benzoïque extrait dans ce cas et le comparer au pourcentage d'acide benzoïque extrait après une simple extraction.

📌 **A la fin du TP, rendre un compte-rendu par binôme** présentant la démarche suivie pour déterminer le coefficient de partage de l'acide benzoïque entre l'eau et l'huile de tournesol. Pour cela, aidez-vous de la liste ci-dessous de points à aborder lors de la rédaction du compte-rendu.

Points à aborder lors de la rédaction du compte-rendu type pour une extraction liquide-liquide

📌 Principe de l'extraction :

- Bilan des espèces présentes dans la solution initiale
- Choix du solvant d'extraction
- Mise en place de l'extraction : faire un schéma de l'ampoule à décanter au début de l'extraction puis une fois la décantation terminée. Indiquer quelles espèces chimiques se trouvent chaque phase.

📌 Analyse de la phase aqueuse extraite

- Présentation du titrage réalisé (se référer au compte-rendu précédent si besoin)

📌 Résultats et exploitation

- Détermination de la concentration en acide benzoïque dans la phase aqueuse
- Calcul détaillé de la constante de partage huile/eau de l'acide benzoïque

📌 Conclusion

- Valeur de la constante de partage huile/eau de l'acide benzoïque
- Intérêt du relargage
- Intérêt des extractions multiples