

TP S1.6 : Extraction de l'acide benzoïque, constante de partage

Objectifs :

- Estimer expérimentalement le constante de partage (P) de l'acide benzoïque entre l'eau et l'huile de tournesol.
- Comparer une extraction simple et une extraction double, d'un point de vue pratique et théorique. Donner l'intérêt en chimie organique.

Compétences travaillées :

- Utilisation correcte de l'ampoule à décanter.
- Savoir séparer deux phases.
- Savoir conduire un dosage colorimétrique simple.
- Savoir extraire un composé d'une phase vers une autre, par extraction multiple.
- Savoir écrire une grandeur avec le bon nombre de chiffres significatifs.

Matériel à disposition :

- Verrerie de volumétrie (pipettes, burette, fioles, erlenmeyer)
- Ampoule à décanter

I – Mesure de la constante de partage

1°) Extraction simple – mesure de la constante de partage

L'eau et l'huile de tournesol sont deux solvants non miscibles.

- Dans une ampoule à décanter de 100 mL, introduire $V_{\text{aq}} = V_0 = 25,0$ mL de solution aqueuse d'acide benzoïque (mesurés à la pipette jaugée) et $V_{\text{org}} = 40$ mL d'huile de tournesol (mesurés à l'éprouvette : cette verrerie est moins précise, mais elle est plus pratique à utiliser ici avec l'huile de tournesol ; la perte de précision n'est quasiment pas visible sur la valeur de P calculée par la suite).
- Agiter vigoureusement pendant 10 secondes, en veillant à faire dégazer de temps en temps.

Attendre que je vous montre la technique particulière à adopter.

Cette agitation permet d'atteindre rapidement l'équilibre d'échange de l'acide benzoïque entre les deux phases, car on augmente alors la surface de contact entre ces deux phases de façon importante.

Si l'agitation n'est pas vigoureuse, le passage entre les phases se fera mal et les résultats seront faussés.

- Laisser reposer (ou décanter) pendant 10 minutes environ.

2°) Dosage de la solution mère d'acide benzoïque

Doser un volume $V_1 = 10,0$ mL de la solution mère d'acide benzoïque, par une solution d'hydroxyde de sodium NaOH à la concentration $c = 0,010 \text{ mol.L}^{-1}$.

On fera un dosage rapide et un dosage précis, en utilisant à chaque fois le bleu de bromothymol (BBT) comme indicateur de virage. Soit V_{e1} le volume équivalent obtenu.

a°) Écrire la réaction de dosage. On notera $\text{PhCO}_2\text{H} / \text{PhCO}_2^-$ le couple acide/base associé à l'acide benzoïque.

b°) Écrire la relation à l'équivalence. En déduire la concentration de la solution mère d'acide benzoïque, en faisant intervenir c , V_1 et V_{e1} .

c°) Écrire et calculer la quantité de matière n_0 d'acide benzoïque contenu dans $V_0 = 25,0$ mL.

3°) Mesure de la constante de partage

- Récupérer la phase aqueuse de la décantation du I – 1°) dans un petit erlenmeyer et la phase organique dans le grand erlenmeyer.
 - Doser l'acide benzoïque restant dans la phase aqueuse par la solution d'hydroxyde de sodium à la concentration $c' = 0,0020 \text{ mol.L}^{-1}$, en opérant sur une prise de volume $V_A = 10,0 \text{ mL}$, en présence de deux gouttes de BBT. Attention, lorsque vous prélevez V_A , il faut pipeter en mettant le bout de la pipette jaugée au fond du récipient, pour ne pas pipeter d'huile qui surnage à la surface de la solution aqueuse. On effectuera directement un dosage précis. Soit V_{e2} le volume équivalent obtenu.
- a°) En déduire la concentration de la solution en acide benzoïque, en fonction de c' , V_A et V_{e2} .
- b°) Calculer la quantité de matière n_1 d'acide benzoïque restant dans $V_0 = 25,0 \text{ mL}$.
- c°) Exprimer le rendement ρ_1 de la première extraction en fonction de n_0 et n_1 . Faire l'application numérique avec deux chiffres significatifs.
- d°) Exprimer la constante de partage P en fonction de n_0 , n_1 , $V_{aq}(V_0)$ et V_{org} .
- e°) Calculer P numériquement. On écrira, a priori, P avec deux chiffres significatifs.

II – Conduite d'une extraction double

1°) Extraction en deux fois de la solution mère

On désire utiliser globalement la même quantité d'huile de tournesol que précédemment pour procéder à l'extraction, mais en procédant à plusieurs extractions successives.

- Dans une ampoule à décanter de 100 mL, introduire $V_{aq} = V_0 = 25,0 \text{ mL}$ de solution aqueuse d'acide benzoïque (mesurés à la pipette jaugée).

- Procéder à la double extraction avec, à chaque fois, $(V_{org})' = \frac{V_{org}}{2} = 20 \text{ mL}$.

Après la 1^{ère} extraction, les 20 mL d'huile seront placés dans le grand erlenmeyer et la phase aqueuse sera récupérée dans un petit erlenmeyer et réintroduite dans l'ampoule à décanter pour être extraite par la portion d'huile suivante.

- À l'issue des 2 extractions doser l'acide benzoïque restant dans la phase aqueuse par la solution d'hydroxyde de sodium à la concentration $c' = 0,0020 \text{ mol.L}^{-1}$, en opérant sur une prise de volume $V_A = 10,0 \text{ mL}$, en présence de deux gouttes de BBT. Attention, lorsque vous prélevez V_A , il faut pipeter en mettant le bout de la pipette jaugée au fond du récipient, pour ne pas pipeter d'huile qui surnage à la surface de la solution aqueuse. On effectuera directement un dosage précis. Soit V_{e3} le volume équivalent obtenu.

- a°) En déduire la concentration de la solution en acide benzoïque, en fonction de c' , V_A et V_{e3} .
- b°) Calculer la quantité de matière n_2 d'acide benzoïque restant dans $V_0 = 25,0 \text{ mL}$.
- c°) Exprimer le rendement ρ_2 de la deuxième extraction en fonction de n_0 et n_2 .
- d°) Faire l'application numérique avec deux chiffres significatifs. Conclure.

2°) On désire comparer le résultat expérimental de la double extraction, avec celui prévisible, grâce à la connaissance de la valeur de P .

Écrire et calculer la quantité de matière $(n_2)_{théorique}$ d'acide benzoïque (cf. activité S1.11) qu'il devrait rester dans $V_0 = 25,0 \text{ mL}$ à la fin de la double extraction. Comparer avec la valeur expérimentale.