

F02_Extraction liquide-liquide en discontinu

Au laboratoire, cette opération s'effectue dans une ampoule à décanter. On parle, selon l'objectif désiré, d'extraction ou de lavage.

Le principe repose sur la solubilité différente des composants d'un mélange (les solutés) dans deux solvants non miscibles ou très peu miscibles entre eux ; ces deux solvants étant en contact. L'extraction est d'autant plus efficace que la substance à extraire est plus soluble dans le solvant d'extraction que dans son solvant original.

La distribution du composé à extraire dans chaque phase est déterminée par le **coefficient de partage apparent** K_{app} constante d'équilibre qui varie en fonction de la nature des solvants et du soluté, de la surface de contact entre les deux phases, de la température.

$$K_{app1/2} = \frac{C_1}{C_2} = \frac{\text{concentration dans le solvant 1}}{\text{concentration dans le solvant 2}}$$

Si le temps d'agitation est insuffisant, on n'atteint pas l'état d'équilibre.

Il est préférable de procéder à plusieurs extractions plutôt qu'à une extraction unique pour un même volume de solvant utilisé pour obtenir un meilleur rendement d'extraction.

A- Extraction

L'extraction d'un produit organique dissout (partiellement) dans un milieu réactionnel principalement constitué d'eau, se fait à l'aide d'un solvant extracteur. Le solvant extracteur doit posséder les propriétés suivantes :

- le composé à extraire doit être beaucoup plus soluble dans le solvant extracteur que dans le solvant initial
- les deux solvants doivent être non miscibles et avoir des densités différentes
- le solvant extracteur doit pouvoir être éliminé facilement (point d'ébullition beaucoup plus faible que celui du composé à extraire).

1°) Fixer l'anneau maintenant l'ampoule à décanter à une barre verticale.

2°) Placer l'ampoule à décanter, robinet fermé avec un bécher sous le robinet.

3°) Transférer le milieu réactionnel dans l'ampoule à décanter à l'aide d'un entonnoir à liquide.

4°) Ajouter un petit volume du solvant extracteur.

5°) - Fermer correctement l'ampoule à décanter, la retourner en gardant toujours une main sur le bouchon et l'autre sur le robinet,

- Dégazer en dirigeant le robinet de l'ampoule vers une paroi vitrée de la hotte

- Agiter l'ampoule en gardant toujours les deux mains sur le bouchon et le robinet, le liquide doit rester dans le réservoir sphérique.

- Recommencer le dégazage et l'agitation deux-trois fois.

6°) Replacer l'ampoule sur son support et enlever le bouchon.

7°) Laisser décanter.

8°) Récupérer la phase organique dans un erlenmeyer annoté et si besoin la phase aqueuse dans un bécher annoté.

9°) Remettre la phase aqueuse dans l'ampoule à décanter et recommencer à partir de l'étape 4°) au moins deux fois.

10°) Les phases organiques sont ensuite rassemblées et lavées (cf. B-).

B- Lavages

Le lavage du produit brut contenu dans un solvant organique (du milieu réactionnel ou de l'extraction) consiste à éliminer le plus de possible d'impuretés (généralement des impuretés solubles dans l'eau). Le lavage est alors une *extraction* des impuretés de la phase organique par le solvant extracteur eau !

Pour cela, on peut utiliser les propriétés acide-base des différents constituants du mélange brut.

- 1°) Transférer la ou les phases organiques à laver dans l'ampoule à décanter à l'aide d'un entonnoir à liquide.
- 2°) Ajouter un petit volume de phase aqueuse.
- 3°) - Fermer correctement l'ampoule à décanter, la retourner en gardant toujours une main sur le bouchon et l'autre sur le robinet,
 - Dégazer en dirigeant le robinet de l'ampoule vers une paroi vitrée de la hotte
 - Agiter l'ampoule en gardant toujours les deux mains sur le bouchon et le robinet, le liquide doit rester dans le réservoir sphérique.
 - Recommencer le dégazage et l'agitation deux-trois fois.
- 4°) Replacer l'ampoule sur son support et enlever le bouchon.
- 5°) Laisser décanter.
- 6°) Récupérer si besoin la phase organique dans un erlenmeyer annoté et la phase aqueuse dans un bécher annoté.
- 9°) Remettre la phase organique dans l'ampoule à décanter et recommencer à partir de l'étape 2°) au moins deux fois.
- 10°) Les phases organiques sont ensuite rassemblées et séchées (cf. fiche F_03).

Remarque : Dans le cas où l'impureté éliminée possède des propriétés acides ou basiques, il est possible de vérifier l'efficacité d'un lavage en vérifiant le pH (déposer sur du papier pH une goutte de la phase aqueuse de lavage sortant de l'ampoule à décanter), le pH doit être le même que celui de l'eau de lavage.

Qu'est-ce que le relargage ?

Dans le cas où la séparation entre les deux phases est délicate (miscibilité partielle entre les deux phases par exemple, ou encore coefficient de partage proche de 1), il est possible d'améliorer la qualité de cette séparation. En effet, l'addition d'un **électrolyte** (chlorure de sodium le plus souvent) permet d'augmenter fortement la force ionique de la phase aqueuse et **diminue par conséquent la solubilité de tout composé organique** dans cette phase (en particulier celle de la phase organique) : cette opération porte le nom de **relargage**.

Remarque : Comment séparer les deux phases ?

En fonction de l'étape qui suit, il faut séparer au dessus ou au dessous du ménisque !

- * Si l'étape suivante consiste à remettre la phase organique dans l'ampoule à décanter pour la mettre en présence d'une phase aqueuse, on peut laisser une ou deux gouttes partir avec la phase aqueuse.
- * Si l'étape suivante consiste à sécher la phase liquide, elle doit alors contenir le minimum d'eau, on sépare parfaitement sans laisser de goutte d'eau aller dans la phase aqueuse.