Décantation

Après l'identification de chaque phase, la couche organique est séparée de la couche aqueuse, en recueillant les produits d'interface avec la phase organique.

Extraction sur la couche aqueuse

La phase aqueuse est introduite dans l'ampoule et on procède aux extractions avec des portions de solvant frais jusqu'à son épuisement. Le nombre d'extractions est variable selon les besoins.

Réunion des phases organiques

La couche organique, isolée au moment de la première décantation, est combinée aux portions de solvant qui ont servi à l'extraction. Les phases organiques réunies sont introduites dans le décanteur.

Lavages des phases organiques réunies

Si le mode opératoire l'exige, la couche organique est lavée avec de l'eau ou avec la solution appropriée. Au moment de la dernière décantation, les produits d'interface sont éliminés avec la phase aqueuse et la couche organique est séchée.

Distillation du ou des solvants

4 17

Le solvant est distillé ou évaporé (chapitre 13) et le produit brut obtenu est purifié selon les méthodes habituelles.

12.6 APPLICATIONS PRATIQUES

12.6.1 Extraction de l'acide propanoïque

Le but de cette manipulation est de comparer l'efficacité d'une simple extraction avec un grand volume de solvant, et de plusieurs extractions successives avec chaque fois un volume de solvant plus faible, le volume total étant identique. Pour cela, on extrait de l'acide propanoïque en solution aqueuse avec de l'éther diéthylique. Les teneurs en acide propanoïque de la solution initiale et des couches aqueuses obtenues après les extractions, sont déterminées par dosage à l'aide d'une solution titrée d'hydroxyde de sodium à environ 0,5 mol·dm⁻³, selon la réaction:

$$\begin{array}{c} \mathrm{CH_3-CH_2-}_{\mathrm{C}-\mathrm{OH}} + \mathrm{OH^-} \rightarrow \mathrm{CH_3-}_{\mathrm{C}}\mathrm{CH_2-}_{\mathrm{C}-\mathrm{O}^-} + \mathrm{H_2O} \\ \mathrm{O} \end{array}$$

Durée approximative: trois heures

Sécurité

- Risques inhérents aux produits :
 - acide propanoïque: modérément irritant, odeur désagréable;
 - éther diéthylique: extrêmement inflammable, explosif;
- Risques associés à la manipulation : la manipulation ne présente aucun risque particulier.

Matières premières

- Acide propanoïque: 18,5 g - Éther diéthylique: 210 cm³
- Solution titrée d'hydroxyde de sodium : environ 150 cm³ (0,5 mol·dm⁻³)

Mode opératoire

EXTRACTION SIMPLE

 Dans un ballon jaugé de 250 cm³, préparer une solution aqueuse contenant environ 18,5 g d'acide propanoïque.

Question 12.3

Calculer la masse, m_0 , d'acide propanoïque contenue dans 50 cm³ de solution.

 Doser l'acide propanoïque contenu dans la solution, en opérant sur des prises d'essai de 10 cm³, en présence de phénolphtaléine.

Question 12.4

Pourquoi choisit-on cet indicateur?

- Dans une ampoule à décanter de 250 cm³, introduire 50 cm³ de solution d'acide propanoïque et 105 cm³ d'éther diéthylique.
- Agiter pendant au moins cinq minutes en veillant à faire dégazer de temps en temps.
- Laisser reposer, séparer les deux couches.
- Doser l'acide restant dans la couche aqueuse, en opérant sur 20 cm³ de celle-ci.

Question 12.5

Exprimer la masse, m_1 , d'acide propanoïque restant dans les 50 cm³ d'eau¹ en fonction du volume, V, de solution d'hydroxyde de sodium utilisée et du titre, T, en mol·dm⁻³ de cette solution.

^{1.} On commet une erreur, qui peut être négligée, en identifiant pour tous les calculs:

⁻ volume restant et volume initial;

volume de solution et volume d'eau.

D'autre part, on ne tient pas compte des solubilités réciproques de l'eau et de l'éther diéthylique.

- Calculer la masse d'acide extraite.
- Calculer les coefficients de partage, K, et K':

$$K = \frac{[\text{acide propanoïque}]_{\text{\'ether}}}{[\text{acide propanoïque}]_{\text{eau}}}$$
$$K' = 1/K$$

EXTRACTION MULTIPLE

- Dans le décanteur, introduire 50 cm³ de la solution initiale d'acide propanoïque.
- Procéder à trois extractions avec, chaque fois, 35 cm³ d'éther diéthylique.
- Doser l'acide restant dans la couche aqueuse, en opérant sur 20 cm³ de celle-ci.

Question 12.6

Exprimer la masse, m_3 , d'acide propanoïque, restant dans les 50 cm³ d'eau après les trois extractions, en fonction de V et T (définis comme à la question 5).

- Calculer la masse d'acide extraite.
- Vérifier la concordance entre la masse, m_3 , déterminée expérimentalement, et celle calculée à l'aide des formules du paragraphe 12.2.1.

12.6.2 Extraction du tétradécanoate de propanetriol-1,2,3 (trimyristine)

La trimyristine,

$$\begin{array}{c|c} O \\ CH_3-(CH_2)_{12}-C-O-CH_2 \\ O \\ CH_3-(CH_2)_{12}-C-O-CH \\ O \\ CH_3-(CH_2)_{12}-C-O-CH_2 \\ \end{array}$$

est l'un des constituants de certains produits végétaux comme l'huile de coco et la muscade. On peut l'extraire de la muscade par macération dans l'éther diéthylique. La purification est réalisée par recristallisation (chapitre 14) dans la propanone (acétone).

Durée approximative: trois heures