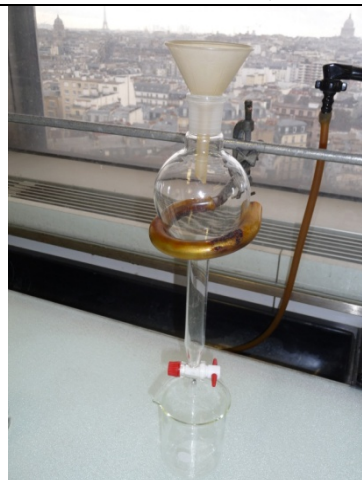


TECHNIQUE

EXTRACTION LIQUIDE – LIQUIDE ET LAVAGE D'UNE
PHASE ORGANIQUE**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.

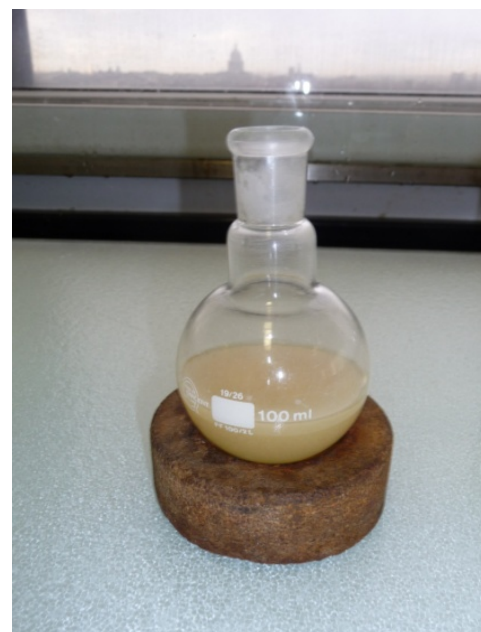
VOCABULAIRE

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.



Matériel nécessaire pour réaliser une extraction liquide – liquide et/ou le lavage d'une phase organique...



L'étape d'extraction liquide/liquide intervient après la réaction. On récupère un milieu réactionnel formé de différentes espèces chimiques dont on va en réaliser la séparation.



L'ampoule à décanter est fixée sur son support (anneau + pince). Sa hauteur est ajustée de telle sorte que son extrémité inférieure soit au contact de l'erenmeyer.

Introduire le milieu réactionnel dans l'ampoule.

Afin d'introduire les liquides, elle est munie d'un entonnoir à liquide.

Penser à vérifier que le robinet est bien fermé

Vérifier que l'ampoule ne fuit pas une fois le robinet fermé ; pour cela, ajouter un peu d'eau par exemple.



En général, une seule phase est présente à ce stade



Rajouter le solvant d'extraction :



1) si le milieu réactionnel est plutôt organique, on ajoute de l'eau et éventuellement un peu de solvant organique pour augmenter le volume de la phase organique.

2) Si le milieu réactionnel est plutôt aqueux, on ajoute un solvant organique et éventuellement un peu d'eau pour augmenter le volume de la phase aqueuse.

Deux phases sont visibles dans l'ampoule



Bouchez l'ampoule, la prendre en main. Une des mains tenant le bouchon et la partie supérieure de l'ampoule, l'autre main permettant une manipulation facile du robinet.

NB : le bouchon doit être adapté à l'ampoule et graissé pour éviter les fuites.



Retourner rapidement l'ampoule en dirigeant son extrémité vers un mur ou une paroi.

Ouvrir aussitôt le robinet (dégazage) pour éviter les surpressions ou les dépressions qui pourriez entrainer des fuites ou l'éclatement de l'ampoule.

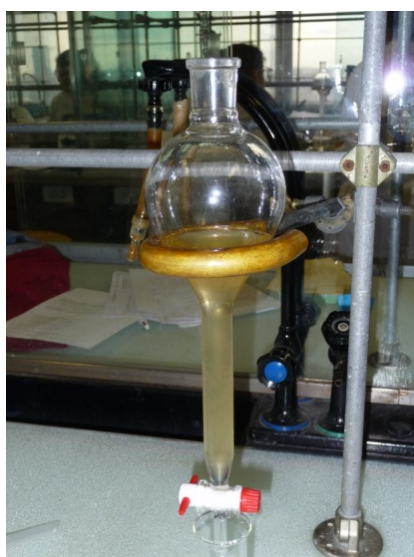


Refermer le robinet.
Agiter vigoureusement et rapidement.
Ouvrir à nouveau le robinet.

Recommencer l'opération plusieurs fois.



Replacer l'ampoule sur son support
Retirer le bouchon.



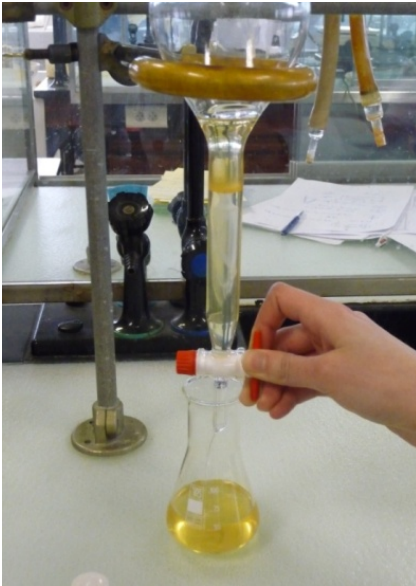
Attendre quelques instants que la décantation se fasse (séparation des deux phases ; en général une phase organique et une phase aqueuse).

?

Où se trouvent les phases aqueuse et organique ?

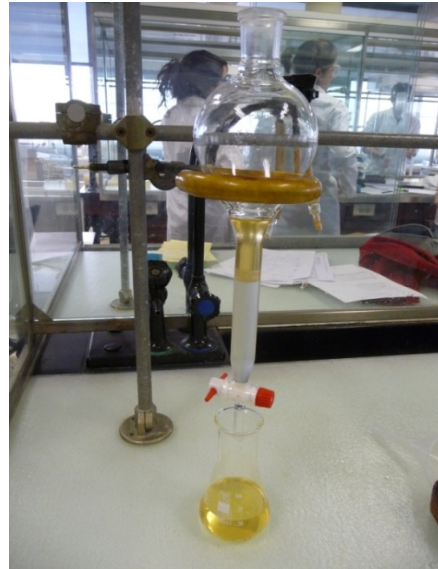
Deux possibilités : on connaît la densité du solvant organique utilisé. On peut facilement en déduire quelle est la phase organique et quelle est la phase aqueuse. Dans le cas contraire il faut réaliser le test à la goutte d'eau. Si la goutte d'eau semble « tomber » dans la phase supérieure, cette phase ne présente aucune affinité pour l'eau. C'est donc la phase organique.

Précaution pour réaliser le test à la goutte d'eau : les hauteurs des deux phases ne doivent pas être négligeables :



Commencer à faire couler une partie de la phase inférieure dans un des erlenmeyers.

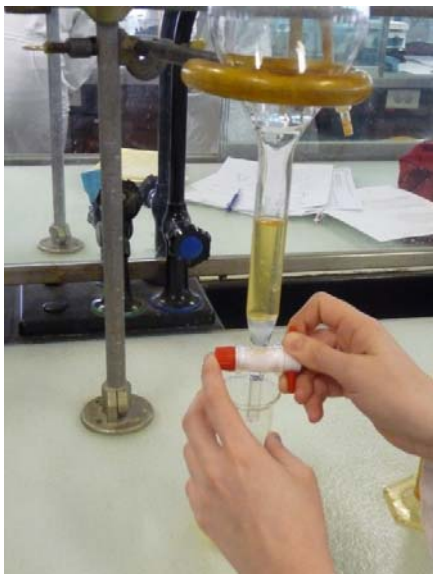
Amener l'interface dans la partie cylindrique de l'ampoule afin de bien observer les deux phases sur des hauteurs non négligeables.



On réalise alors le test à la goutte d'eau.

Si la phase aqueuse est en-dessous de la phase organique, on voit la goutte d'eau « tomber » dans la phase du dessus.

Dans le cas contraire, on ne voit plus la goutte d'eau au contact de la phase supérieure.



On achève la séparation des deux phases



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*V de solvant (en général on effectue deux à trois extractions).

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 (fine gouttelettes d'une phase suspendues dans l'autre phase). La meilleure méthode à employer est l'attente, mais parfois, pour rompre l'émulsion on peut ajouter dans l'ampoule un sel inorganique (principe du relargage : on ajoute au contenu de l'ampoule un sel inorganique (par exemple du chlorure de sodium). Celui-ci diminue la solubilité des composés organiques dans la phase aqueuse qui, par effet de relargage, repoussée par les ions chlorure et sodium passent dans la phase organique). On peut aussi appliquer à l'ampoule un mouvement léger de rotation afin d'améliorer la séparation.

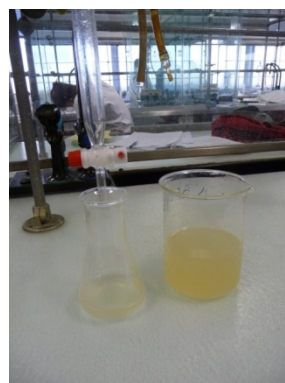
DIFFERENCE ENTRE EXTRACTION ET « LAVAGE » D'UNE PHASE ORGANIQUE ?

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 (voir une solution acide ou basique).
- Procéder à la séparation des phases comme pour une extraction (voir ci-dessus).



ET APRES... ?

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

ET TOUJOURS... RANGER ET NETTOYER LE MATERIEL !