

BACCALAURÉAT GENERAL PREMIERE**Épreuve Pratique de CHIMIE
Évaluation des Compétences Expérimentales
TP CH05 Extraction liquide liquide****ÉNONCÉ ET ÉVALUATION**

NOM :

Prénom :

Ce sujet comporte des feuilles individuelles sur lesquelles le candidat doit consigner ses réponses.
Le candidat doit restituer ce document avant de sortir de la salle d'examen.

Le candidat doit agir en autonomie et faire preuve d'initiative tout au long de l'épreuve.
En cas de difficulté, le candidat peut solliciter l'examineur afin de lui permettre de continuer la tâche.
L'utilisation de la calculatrice est autorisée.

CONTEXTE DU SUJET**Ce TP a pour objectif de choisir un solvant et mettre en œuvre un protocole d'extraction liquide-liquide d'un soluté moléculaire**

Les différents types d'interaction entre molécules permet de rendre compte d'opérations courantes au laboratoire de chimie : dissolution d'un composé solide ionique ou moléculaire dans un solvant et extraction liquide-liquide d'une espèce chimique.

Lors de l'élaboration d'un protocole d'une synthèse organique, il convient de trouver les conditions opératoires aboutissant au meilleur rendement possible. Les aspects sécurité, coût et environnementaux doivent être aussi pris en compte.

On s'intéresse ici à un procédé fréquemment utilisé dans les laboratoires : l'extraction liquide-liquide. L'extraction liquide-liquide utilise deux solvants non miscibles. Elle permet de transférer des espèces chimiques d'un solvant initial vers un solvant extracteur, dans lequel elles sont plus solubles.

On dispose d'une solution aqueuse saturée d'acide benzoïque. On veut extraire l'acide benzoïque de la phase aqueuse à l'aide d'un solvant extracteur approprié.

Deux types d'extraction sont possibles :

- Une extraction simple : on introduit 40 mL de la solution aqueuse saturée en acide benzoïque et on ajoute 20 mL de solvant extracteur. On réalise l'extraction liquide-liquide et on récupère les phases aqueuse et organique dans deux récipients (on utilise un erlenmeyer bouché pour récupérer la phase organique).
- Une extraction double : on répète l'opération d'extraction deux fois. On extrait une première fois 40 mL de la solution aqueuse saturée en acide benzoïque avec 10 mL de solvant extracteur. On récupère la phase aqueuse et on recommence l'extraction avec 10 mL de solvant extracteur.

Le but de l'épreuve est de montrer l'intérêt de l'extraction double par rapport à l'extraction simple.

I. LISTE DE MATERIEL DESTINÉE AUX PROFESSEURS ET AU PERSONNEL DE LABORATOIRE**1. Pour chaque poste**Paillasse élèves :

- Ampoule à décanter (125 mL) + bouchon et support adapté
- Deux béchers de 100 mL
- Deux béchers de 50 mL
- Une éprouvette graduée de 25 mL
- Une éprouvette graduée de 50 mL
- Une burette graduée
- Une pipette jaugée de 10 mL
- Une poire à pipeter
- Un agitateur magnétique et un barreau aimanté
- Deux erlenmeyers de 100 mL dont un avec un bouchon
- Flacon de phénolphthaléine
- Flacon contenant 100 mL de solution aqueuse saturée d'acide benzoïque
- Flacon contenant 50 mL d'hydroxyde de sodium de concentration $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$
- Un flacon en verre étiqueté « poubelle » : pour récupérer l'ensemble des déchets
- Lunettes
- Gants
- Un entonnoir
- Marqueur pour la verrerie
- Eau distillée

Paillasse professeur :

- Un flacon par candidat contenant 50 mL du solvant extracteur : l'éther diéthylique (la mention « éther diéthylique » ne doit pas être visible par les candidats).
- Une bouteille contenant la phase aqueuse obtenue après l'extraction simple de la solution saturée d'acide benzoïque, pour les candidats n'arrivant pas à réaliser l'extraction simple.

Les solutions totales proposées par la suite sont évidemment corrélées au matériel disponible. Les professeurs évaluateurs devront, lors de la préparation du sujet, rédiger une solution parfaitement adaptée à la situation locale et prévoir d'imprimer ces solutions pour les mettre à disposition des élèves le cas échéant.

2. Particularités du sujet, conseils de mise en œuvrePréparation de la solution aqueuse saturée d'acide benzoïque ($C = 3 \text{ g.L}^{-1}$)

Réaliser la dissolution. Filtrer pour obtenir une solution limpide et mettre en flacon.

Préparation de la solution d'hydroxyde de sodium

2 solutions de concentrations différentes sont nécessaires :




- une première solution à $2,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ pour doser la solution saturée d'acide benzoïque (solution « professeur » pour le dosage à réaliser en préparation). En prévoir 100 mL.
- une seconde solution à $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$ pour doser la solution d'acide benzoïque après extraction simple et double. En prévoir 30 mL pour le dosage après extraction double (à réaliser en préparation) et en prévoir 50 mL par candidat pour l'épreuve.

Pour minimiser les erreurs et assurer une cohérence dans les résultats, il est préférable de préparer la solution à $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$ à partir de la solution à $2,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$.

Toutes les indications en rouge dans la fiche III sont à modifier en fonction des résultats obtenus par l'examineur en préparation de cette épreuve expérimentale.

Remarque : dans la littérature on trouve des rendements d'extraction de 99 % (voire 99,9 % !). En pratique, l'éther diéthylique est légèrement soluble dans l'eau. De ce fait le rendement est légèrement inférieur (96 %).

Document 1. Solubilité de l'acide benzoïque dans divers solvants

	Eau	Dichlorométhane	Ethanol	Ether diéthylique
Densité	1,00	1,33	0,789	0,714
Miscibilité avec l'eau	oui	non	oui	non
Solubilité de l'acide benzoïque	faible	grande	grande	grande
Pictogrammes de sécurité	-			

Document 2. Dosage de l'acide benzoïque dans la solution aqueuse après extraction liquide-liquide

Pour déterminer la quantité de matière d'acide benzoïque restant dans la phase aqueuse, on procède à un dosage.

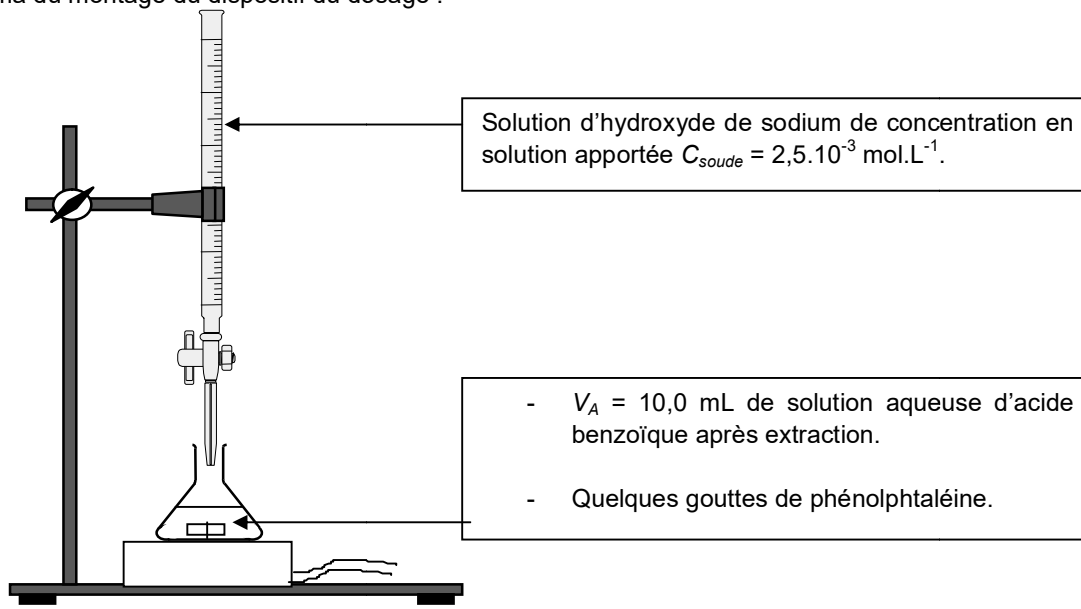
Après l'extraction liquide – liquide, on dose un volume $V_A = 10,0 \text{ mL}$ de la phase aqueuse contenant des traces d'acide benzoïque par une solution d'hydroxyde de sodium ($\text{Na}^+_{(\text{aq})}$; $\text{HO}^-_{(\text{aq})}$) de concentration en solution apportée : $C_{\text{soude}} = 2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$. On ajoute quelques gouttes de phénolphtaléine dans le mélange réactionnel.

Réaction support du titrage acido-basique : $\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2\text{H}(\text{aq}) + \text{HO}^-_{(\text{aq})} \rightarrow \text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2^-_{(\text{aq})} + \text{H}_2\text{O}(\text{l})$.

Le volume à l'équivalence V_E est repéré par le changement de couleur de la phénolphtaléine (incolore à rose).

La connaissance du volume à l'équivalence conduit à la quantité de matière d'acide benzoïque présent dans le volume prélevé : $n_{\text{acide benzoïque}} = C_{\text{soude}} \times V_E$.

Schéma du montage du dispositif du dosage :



Document 3. Résultats du dosage de la solution aqueuse d'acide benzoïque après une extraction double

On dose $V_A = 10,0$ mL de la solution aqueuse d'acide benzoïque avec une solution d'hydroxyde de sodium (de concentration en soluté apporté $C_{\text{soude}} = 2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$).

Le changement de couleur de la phénolphthaléine a lieu pour un volume équivalent d'hydroxyde de sodium versé $V_{E2} = 4,1$ mL.

Le rendement R de l'extraction est défini comme le quotient de la quantité de matière d'acide benzoïque extrait $n_{A, \text{extrait}}$ par la quantité de matière totale d'acide benzoïque présent initialement $n_{A, \text{initial}}$.

	Dans 10,0 mL de solution aqueuse d'acide benzoïque saturée	Dans 10,0 mL de solution aqueuse d'acide benzoïque après une extraction double
Quantité de matière d'acide benzoïque (en mol)	$n_{A, \text{initial}} = 2,3 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$	$n_{A, \text{restant}, 2} = C_{\text{soude}} \times V_{E2}$ $n_{A, \text{restant}, 2} = 1,0 \cdot 10^{-5} \text{ mol}$
Rendement de l'extraction $R = \frac{n_{A, \text{extrait}}}{n_{A, \text{initial}}}$		$R = \frac{n_{A, \text{initial}} - n_{A, \text{restant}, 2}}{n_{A, \text{initial}}}$ $R = 96 \%$

Document 4. Liste du matériel disponible

- Eau distillée
- Dichlorométhane
- Ethanol
- Ether diéthylique
- Solution aqueuse saturée d'acide benzoïque fraîchement préparée
- Solution d'hydroxyde de sodium de concentration de soluté apporté $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$.
- Phénolphthaléine
- Ampoule à décanter avec son bouchon et un support adapté
- Deux béchers de 100 mL
- Deux béchers de 50 mL
- Une éprouvette graduée de 25 mL
- Une éprouvette graduée de 50 mL
- Une burette graduée
- Une pipette jaugée de 10 mL
- Une propipette
- Un agitateur magnétique et un barreau aimanté
- Deux erlenmeyers de 100 mL dont un avec un bouchon
- Un flacon en verre étiqueté « poubelle » : pour récupérer l'ensemble des déchets
- Un entonnoir
- Marqueur pour la verrerie
- Lunettes
- Gants

TRAVAIL A EFFECTUER

1. Proposition d'un protocole expérimental (20 minutes conseillées)

Proposer un protocole expérimental détaillé permettant de réaliser l'extraction simple de la solution aqueuse d'acide benzoïque saturée.

Vous préciserez le solvant extracteur à utiliser en expliquant votre choix.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

2. Mise en œuvre du protocole expérimental d'extraction simple (15 minutes conseillées)

Mettre en œuvre le protocole expérimental proposé précédemment.

3. Mise en œuvre du dosage de la solution aqueuse après l'extraction simple (15 minutes conseillées)

Mettre en œuvre le protocole expérimental proposé dans le **document 2**, en sachant que le volume à l'équivalence V_{E1} est tel que : $7 \text{ mL} < V_{E1} < 9 \text{ mL}$.

$V_{E1} = \dots\dots\dots$

4. Interprétation des résultats expérimentaux (10 min conseillées)

Calculer le rendement de l'extraction simple et montrer l'intérêt de l'extraction double par rapport à l'extraction simple.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....



.....

.....

.....

.....

.....

APPEL		
	Appeler le professeur pour lui présenter vos résultats	

Défaire le montage et ranger la pailasse avant de quitter la salle.