

## Série 1

### Extraction, séparation et identification des espèces chimiques

استخراج وفصل الأنواع الكيميائية والكشف عنها

#### Exercice 1: (questions de cours)

Cocher la (ou les) réponse(s) exacte(s):

- Lorsque deux liquides ne sont pas miscibles, celui qui a la plus grande densité :
  - ☐ Constitue la phase supérieure.
  - ☐ Constitue la phase inférieure.
  - ☐ Les deux liquides ne forment qu'une seule phase.
- Lors d'une extraction liquide - liquide, l'espèce chimique à extraire doit:
  - ☐ Être plus soluble dans le solvant initial que dans le solvant extracteur.
  - ☐ Être moins soluble dans le solvant initial que dans le solvant extracteur.
  - ☐ Être insoluble dans le solvant extracteur.
- Une hydrodistillation:
  - ☐ Est un entraînement à la vapeur d'eau.
  - ☐ Est une extraction à l'aide d'un solvant organique.
  - ☐ Consiste à extraire une espèce chimique miscible à l'eau.
  - ☐ Consiste à extraire une espèce chimique non miscible à l'eau.
- Pour extraire une espèce chimique dissoute dans de l'eau, le solvant d'extraction doit être:
  - ☐ Non miscible avec l'eau.
  - ☐ Soluble dans l'eau.
  - ☐ De densité différente de celle de l'eau.
  - ☐ De densité supérieure à celle de l'eau.
- Lors d'une chromatographie, l'éluant permet de:
  - ☐ Déposer le mélange.
  - ☐ Séparer les espèces chimiques du mélange.
  - ☐ Révéler le chromatogramme.
- Lors de la réalisation d'une chromatographie, la ligne de dépôt doit être:
  - ☐ Plus basse que le niveau de l'éluant dans la cuve.
  - ☐ Plus haute que le niveau de l'éluant dans la cuve.
  - ☐ À la même hauteur que le niveau de l'éluant dans la cuve.
- Le rapport frontal s'exprime en:
  - ☐ Mètre.
  - ☐ Centimètre.
  - ☐ N'a pas d'unité.
- A sa température de fusion, une espèce chimique passe de:
  - ☐ L'état liquide à l'état gazeux.
  - ☐ L'état solide à l'état gazeux.
  - ☐ L'état solide à l'état liquide.

#### Exercice 2: (le choix d'un solvant)

On désire extraire le diiode de l'eau iodée. La solubilité du diiode dans différents solvants est donnée dans le tableau suivant:

Solvant	Eau	Alcool	Ether	Benzène
Solubilité du diiode (g/L)	0,3	250	250	140
Densité	1,0	0,8	0,71	0,88
Température d'ébullition (°C)	100	78	35	80

On dispose en outre des informations suivantes:

- L'alcool est miscible à l'eau.
- L'éther et le benzène ne sont pas miscibles à l'eau.

- Rechercher la définition du mot "solubilité".

- 2) Quel solvant vaut-il mieux choisir pour extraire le diiode de l'eau iodée? Justifier ta réponse.
- 3) Dresser le protocole de cette extraction (verrerie à utiliser, mode opératoire)
- 4) Quelle phase faut-il recueillir? Où se trouve-t-elle ?

### **Exercice 3: (extraction de la vanilline)**

**L'arôme de vanille** vendu dans le commerce est composé essentiellement de trois espèces chimiques : la vanilline, l'acide vanillique et l'acide p-hydroxybenzoïque.

- 1) L'arôme de vanille est-il une espèce chimique pure ou un mélange?

**La vanilline extraite de la gousse de vanille** est utilisée en parfumerie et surtout en pâtisserie. Le protocole expérimental de l'extraction est le suivant : l'extrait de vanille est dilué dans l'eau puis versé dans une ampoule à décanter. Et ensuite on verse le chloroforme. Après agitation vigoureuse et dégazage, on procède à la séparation des phases.

- 2) À l'aide des indications ci-dessous (**Donnée**), faire un schéma de l'ampoule à décanter et préciser la position et le contenu de chaque phase. Justifier.
- 3) De quel type d'extraction s'agit-il ? quel est le rôle du chloroforme ?
- 4) Quelles sont les opérations à effectuer après la séparation des phases contenues dans l'ampoule pour isoler la vanilline pure ?

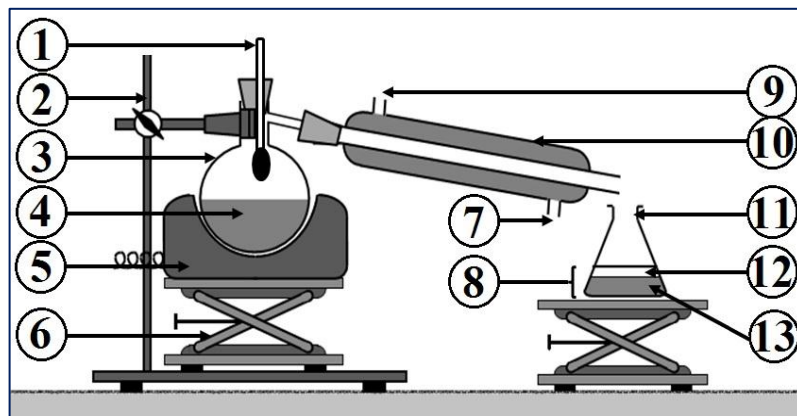
#### **Données:**

- La vanilline est très soluble dans le chloroforme et peu soluble dans l'eau. L'acide vanillique et l'acide p-hydroxybenzoïque sont solubles dans l'eau.
- La densité du chloroforme est de 1,47. Sa température d'ébullition est de 61°C, celle de la vanilline de 154°C.

### **Exercice 4: (Extraction de l'huile essentielle de la lavande)**

L'extraction de l'huile essentielle de lavande s'effectue à l'aide d'un montage à l'entraînement à la vapeur (ou hydrodistillation) représenté ci-contre.

- 1) Nommer les différentes parties du montage en utilisant les termes suivants: Chauffe-ballon; Ballon à fond rond; Support; Distillat; Réfrigérant à eau; Arrivée d'eau froide; Sortie d'eau tiède; thermomètre; lavande avec l'eau; Support élévateur; Erlenmeyer; Phase supérieure; Phase inférieure.
- 2) Quel est le rôle de la vapeur d'eau ? Celui du réfrigérant à eau ?
- 3) Représenter le contenu de l'erlenmeyer après l'hydrodistillation. Justifier.



Afin de récupérer l'huile essentielle du distillat, on effectue une extraction par solvant. On introduit dans une ampoule à décanter le distillat, 10,0 mL d'eau salée et 10,0 mL du solvant extracteur. On bouche, on agite, on dégaze et on laisse décanter.

- 4) Quel est l'intérêt d'ajouter de l'eau salée ?
- 5) A l'aide des données du tableau ci-contre, quel solvant extracteur peut-on choisir ? Justifier.
- 6) Représenter l'ampoule à décanter après décanation. Légender en justifiant.

#### **Données:**

Solubilité dans: ↓	Eau	Eau salée	Cyclohexane	Essence de lavande	Ether éthylique
<b>Eau</b>	X	X	Nulle	Faible	Nulle
<b>Eau salée</b>	X	X	Nulle	Très faible	Nulle
<b>Ether éthylique</b>	Nulle	Nulle	X	Elevée	X
<b>Cyclohexane</b>	Nulle	Nulle	X	Très élevée	X
<b>Densité : d</b>	<b>1,00</b>	<b>1,13</b>	<b>0,78</b>	<b>0,89</b>	<b>0,71</b>

### Exercice 5: (les informations concernant un solvant )

L'étiquette d'un flacon d'éthanol présente les informations ci - après :

On souhaite vérifier la densité de l'éthanol. On dispose pour cela d'une balance, d'éprouvettes graduées, de béchers et d'un flacon d'éthanol.


- 1) Préciser les mesures de sécurité à respecter pour manipuler sans danger l'éthanol.
- 2) Proposer un protocole permettant de déterminer la densité de l'éthanol.
- 3) Lors d'une expérience, on a trouvé qu'un volume  $V = 20\text{ml}$  d'éthanol a une masse  $m = 15,8\text{g}$ , alors que le même volume d'eau a une masse  $m = 20,0\text{g}$ . En déduire la densité de l'éthanol par rapport à l'eau.

ETHANOL

Alcool éthylique  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$

$M = 46,07\text{g/mol}$  ;

$d = 0,79$ ;  $T = 78,5^\circ\text{C}$

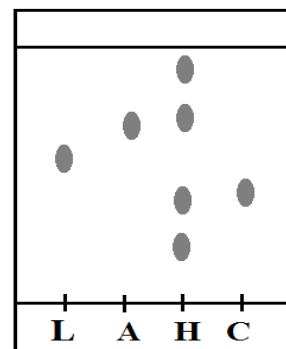


F

### Exercice 6: (Chromatographie d'huile essentielle de lavande)

On désire vérifier si une huile essentielle de lavande (H) contient du linalol (L), de l'acétate de linalyle (A) ou du citral (C). On réalise la chromatographie sur couche mince (CCM) dont le résultat est présenté ci-contre.

- 1) Donner brièvement les buts d'une chromatographie.
- 2) Faire un schéma du dispositif au début de l'expérience.
- 3) Combien dénombre-t-on de constituants dans l'huile essentielle ?
- 4) Quels constituants a-t-on identifié dans cette huile essentielle ?



### Exercice 7: (réalisation d'une chromatographie CCM)

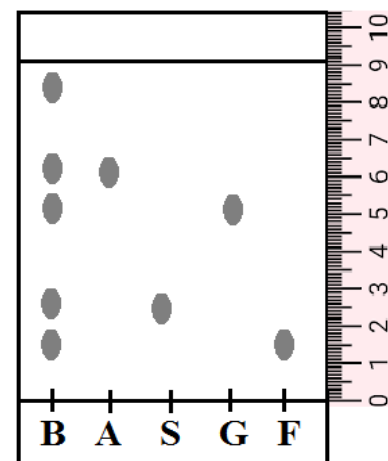
On a réalisé la chromatographie sur couche mince de deux échantillons et une référence. L'exploitation du chromatogramme fournit les résultats suivant :

- Front de l'éluant :  $d_E = 8\text{cm}$ ;
  - échantillon A : deux taches situées à  $d_1 = 3\text{cm}$  et  $d_2 = 4\text{cm}$  de la ligne de dépôt;
  - échantillon B : une tache située à  $d_3 = 5\text{cm}$  de la ligne de dépôt;
  - référence (menthol) de rapport frontal  $R_f = 0.5$ .
- 1) Réaliser un schéma du chromatogramme.
  - 2) La chromatographie a-t-elle mis en évidence des espèces chimiques pures ?
  - 3) Les échantillons A et B contiennent du menthol ?

### Exercice 8: (exploitation d'une chromatogramme)

On désire vérifier si une bouteille de boisson au "cola light" contient quand même le sucre. Pour cela on réalise la chromatographie de cette boisson (B) en la comparant à celle de l'aspartame (A) et des sucre comme le glucose (G), le fructose (F) et le saccharose (S).

- 1) Décrire le protocole expérimental pour réaliser une chromatographie.
- 2) Donner vos conclusions en observant le chromatogramme ci-contre.
- 3) Rappeler le test chimique à utiliser pour détecter la présence de glucose.
- 4) Etude du chromatogramme ;
  - a. Calculer le rapport frontal de (A) et celui du (G).
  - b. Ces  $R_f$  sont-ils les mêmes si l'on change d'éluant ? de support ?



### Exercice 9: (réalisation et exploitation d'une chromatogramme)

On cherche à identifier l'espèce chimique active d'un médicament (noté X). Pour cela, on réalise une chromatographie sur couche mince (CCM). Les références sont : l'aspirine (notée A), l'acétaminophène (B), la caféine (C) et la phénacétine (D).

La plaque chromatographique a les dimensions suivantes : largeur = 4,5 cm ; hauteur = 5 cm ; les dépôt sont effectués à 0,5 cm du bord inférieur.

Après élution et révélation, les résultats suivants sont obtenus :

- le front de l'éluant est monté à 0,5 cm du bord supérieur.
- Pour les références, on trouve:

Espèce chimique	Aspirine	Acétaminophène	Caféine	Phénacétine
R <sub>f</sub>	0,85	0,50	0,31	0,72

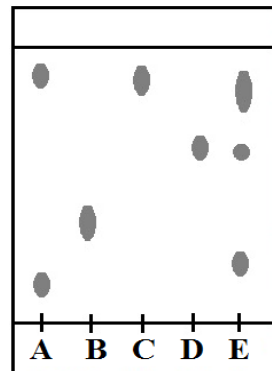
- Pour X, on trouve 3 taches dont les R<sub>f</sub> sont respectivement à 0,13 ; 0,50 et 0,86.
- 1) Faire un schéma du chromatogramme après élution à l'échelle 1/1. Les positions des taches devront être justifiées.
  - 2) On dit que la chromatographie est une technique de séparation et d'identification. Expliquer en quelques lignes comment on peut identifier des espèces chimiques grâce à la chromatographie.
  - 3) De quels paramètres dépendent les valeurs des rapports frontaux ?
  - 4) Faire une conclusion sur X.

### Exercice 10: (exploitation d'une chromatogramme)

On effectue sur une plaque de chromatographie cinq dépôts sont:








- Tache A : produit issu de l'extraction par solvant du I
- Tache B : anéthole (arôme naturel pur)
- Tache C : cinnamaldéhyde (arôme naturel pur)
- Tache D : benzaldéhyde (arôme naturel pur)
- Tache E : produit de synthèse obtenu au II.

Après élution puis révélation sous UV on obtient la plaque chromatographique ci-contre.



- 1) Le produit issu de l'extraction par solvant est-il pur ? Justifier votre réponse.
- 2) Identifier le nom de l'arôme constituant l'huile essentielle de la cannelle. Justifier.
- 3) L'analyse chromatographique du produit de synthèse obtenu au II montre qu'il contient d'autres espèces chimiques que l'arôme. Peut-on les identifier : si oui, donner leurs noms, sinon, formuler une hypothèse.

## La sécurité au laboratoire de chimie:

pictogramme	Signification	Consignes de sécurité
	Espèce chimique: T : toxique T+ : très toxique	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Eviter absolument tout contact avec la peau et les yeux, éviter toute inhalation et toute ingestion.</li> <li>• Porter des lunettes de protection et des gants, travailler sous la hotte et porter une blouse.</li> </ul>
	Espèce chimique: E : explosive	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Manipuler loin de toute source de chaleur.</li> <li>• Eviter les chocs et les frottements.</li> </ul>
	Espèce chimique: C : corrosive	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Eviter tout contact avec la peau et les yeux, ne pas respirer les vapeurs.</li> <li>• Porter des lunettes de protection et des gants, travailler sous la hotte et porter une blouse.</li> </ul>
	Espèce chimique: Xi : irritante Xn : nocive	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Eviter tout contact avec la peau et les yeux et les vêtements.</li> <li>• Porter des lunettes de protection et des gants, et une blouse.</li> </ul>
	Espèce chimique dangereuse pour l'environnement.	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Ne pas rincer dans l'évier mais dans un flacon de récupération pour le recyclage ou le traitement des déchets dangereux.</li> </ul>
	Espèce chimique: F: facilement inflammable F+: extrêmement inflammable	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Eloigner de toute flamme, étincelle, source de chaleur.</li> <li>• Toujours refermer le flacon.</li> </ul>
	Espèce chimique comburante.	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Manipuler loin de toute source de chaleur.</li> <li>• Tenir à l'écart des combustibles.</li> </ul>