Année universitaire : 2023/2024

L'enseignante: Khamouli-S

## Module: Les méthodes de séparation et chromatographie

3ème année Chimie Analytique

Université Mohamed Khider- Biskra

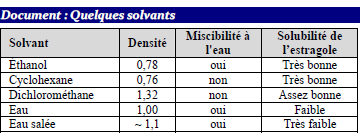
Faculté des sciences exacte et sciences de la nature et de la vie

Département de Science de la matière

**Série n°1**

**Exercice 1:**

L'estragol est un composé présent dans de nombreuses huiles essentielles et notamment l'huile essentielle d'estragon dont il constitue 60 à 75 %. L'estragol est utilisé en parfumerie, comme arôme alimentaire et dans certaines liqueurs.



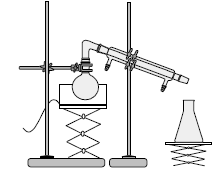
Masse molaire en g/mol : *M*(H) = 1,0 ; *M*(C) = 12,0 ; *M*(O) = 16,0

• Densité de l’estragole : 0,965

On réalise l’extraction de l’estragol par hydrodistillation et on recueille le distillat dans un erlenmeyer.

1. Quel est le principe de l'hydrodistillation ?

Le montage nécessaire est schématisé ci-après.



2.1. Que faut-il mettre dans le ballon ?

2.2. Légender le schéma.

2.3. Indiquer dans quel sens circule l'eau dans le réfrigérant.

3. D’après les données, décrire l’aspect du distillat en justifiant.

On souhaite ensuite extraire l’estragol de ce distillat en utilisant un solvant.

4. Parmi les solvants proposés, quel est celui qui conviendrait le mieux ? Justifier.

5. Que faut-il ajouter au distillat avant de procéder à l’extraction ?Pourquoi ?

6**.** Indiquer la composition de chacune de phase ci-dessous **après agitation** et décantation. Pourquoi la phase n°1 est-elle au-dessus de laphase n°2.

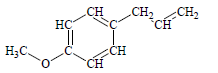
|  |
| --- |
|  |

Après évaporation du solvant, on recueille 3 mL d’estragole pure.

7.1. Calculer la masse d’estragole obtenue

7.2. Déterminer sa quantité de matière.

8. L’estragol obtenu est-il naturel ou synthétique ? Justifier

. 

**Exercice 2:**

Le thé contient environ 5 % de caféine, mais il contient aussi d'autres substances comme des sucres, des pigments, des graisses, ....

Données :

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | Dans le dichlorométhane | Dans l'eau à 25°C | Dans l'eau à 65°C |
| Solubilité de la  caféine | importante | faible | très importante |

- Le dichlorométhane a pour densité 1,30 et se trouve à l'état liquide dans les conditions de l'expérience.

- Le dichlorométhane n'est pas miscible à l'eau.

L'extraction de la caféine se fait en quatre étapes :

Étape l :

- dans un ballon surmonté d'un réfrigérant, on introduit des feuilles de thé et de l'eau distillée. Le chauffage et l'agitation durent 2 heures.

Étape 2 :

-la phase aqueuse précédente est refroidie et mélangée à du dichlorométhane. Seule la phase organique est recueillie.

Étape 3 :

-la phase organique est mélangée à du sulfate de magnésium anhydre puis filtrée.

Étape 4 :

- après évaporation du solvant, on obtient une poudre blanche qui contient principalement de la caféine.

1. Dans l'étape 1, quel est le rôle du réfrigérant? Le schématiser surmontant le ballon sans oublier la circulation d'eau.

2.En utilisant les données, justifier le chauffage dans cette première étape.

3. Pour l'étape 2, dessiner le dispositif permettant de recueillir la phase organique et indiquer la position des phases aqueuse et organique. Dans quelle phase se trouve la quasi-totalité de la caféine extraite (justifier) ?

4. Dans l'étape 2, quelle technique est mise en œuvre ?

5. Quel est le rôle du sulfate de magnésium anhydre ?

6. Il est possible de purifier un solide tel que la caféine extraite. Nommer une technique de purification d'un solide.

**Exercice 3:**

1. Après avoir identifié le butanoate d’éthyle dans les formules suivantes,   
recopier sa formule et entourer le groupe caractéristique ester.

H3C

CH2

CH2

C

O

O

CH2

CH3

H3C

CH2

CH2

C

O

CH2

CH3

H3C

CH2

CH3

C

O

O

CH2

CH2

CH3

C

O

CH2

CH2

CH2

CH3

CH2

CH3

CH3

O

CH2

CH2

CH2

2. Pour vérifier la présence de butanoate d’éthyle dans un flacon d’arôme ananas du commerce (en phase aqueuse), on souhaite réaliser une extraction liquide-liquide à l’aide d’une ampoule à décanter. On dispose de   
trois solvants : dichlorométhane, éthanol et cyclohexane.

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| solvant | eau | éthanol | cyclohexane | dichlorométhane |
| solubilité du butanoate d’éthyle | faible | bonne | moyenne | bonne |
| densité | 1 | 0,8 | 0,6 | 1,3 |
| miscibilité avec l’eau | / | miscible | non miscible | non miscible |

2.1. Quel solvant faut-il choisir parmi ceux du tableau pour extraire le maximum de butanoate d’éthyle ? Justifier.

2.2. Dessiner l’ampoule à décanter après agitation en précisant le contenu.

3. Lors d’une extraction liquide-liquide, on définit le coefficient de partage de l’espèce E à extraire. Ce coefficient est égal à la constante d’équilibre K associée à l’équation de la réaction :

E(aq) = E(solvant organique) (réaction 1).

3.1. Le coefficient de partage s’exprime donc en fonction des concentrations molaires effectives, à l’équilibre, de E dans les phases aqueuse et organique, notées respectivement: [Eaq]eq et [Eorg]eq. Donner cette expression.

3.2. On dispose d’un volume V de solution aqueuse contenant l’espèce E.  
On ajoute un volume VS de solvant organique pour réaliser l’extraction.   
La quantité de matière initiale de E dans l’eau est notée n0 et la quantité de matière extraite à l’équilibre est égale à xéq, avancement à l’état final de la réaction 1.

Déterminer l’expression de xéq en fonction de V, VS, K et n0.  
On pourra s’aider d’un tableau d’évolution pour cette réaction 1.

3.3. Le taux d’extraction τ est défini comme le rapport de la quantité de matière extraite xéq à la quantité de matière initiale n0.

L’expression de τ en fonction de V, VS et K est :

τ = 

Calculer le taux d’extraction du butanoate d’éthyle lors de l’expérience du 1.2.2. sachant que : K = 3,0 ,

V = 20 mL et VS = 20 mL.

La phase organique de l’extraction est conservée et appelée solution S1.