

Chapitre 5

Extraire et identifier

RÉVISION ET RÉSUMÉ

Dans votre livre Ce chapitre correspond à la partie 4 du livre, pages 93 à 112. L'étude du cours pages 94 à 97 est fortement recommandée, à l'exception pour l'instant de la section 2 pages 95 et 96 qui sera l'objet du chapitre 6 de mon cours. L'étude des fiches "méthode" page 98 et "pratique" page 104 est recommandée.

Les activités "TP" n°4 et 5 pages 102 et 103 seront partiellement ou totalement abordées lors des séances des mardi 13 et 20 novembre, TP de Spécialité n°5 et 6. Vous pouvez prendre connaissance de ces protocoles afin de disposer d'informations supplémentaires.

Importance du TP Les énoncés des travaux pratiques

distribués lors des séances contiennent beaucoup d'information importantes! Se reporter à ces énoncés en plus du cours.

Seconde Réviser les points suivants du programme de Seconde :

- Calculs de densités et masses volumiques.
- Les techniques d'extraction à partir d'un produit naturel;
- Les critères de choix d'un solvant pour une extraction par solvant;
- La chromatographie sur couche mince;
- La technique de séparation par distillation.

MOTS CLÉS

Hydrodistillation	Chromatographie	Phase mobile	Rapport frontal
Relargage	Éluant	Migration	Densité
Extraction par solvant	Phase fixe	Chromatogramme	Masse volumique

QUESTIONS

Q1 Donner une définition pour chacun des mots clés ci-dessus.

Q2 Une ampoule à décanter contient deux phases, dont l'une est aqueuse. La densité de l'autre phase est inconnue. Proposer une méthode pour identifier la phase aqueuse.

Q3 Un professeur de spécialité physique-chimie désire que ses élèves extraient les colorants contenus dans des feuilles d'épinard. Ces colorants sont solubles dans

la propanone. Imaginer le protocole que devra fournir ce professeur.

Q4 Pour enlever des taches de goudron sur du coton, il vaut mieux utiliser du *White spirit* que de l'eau. Pourquoi?

Q5 L'usage du *White spirit* pour enlever une tache de goudron sur une peinture ou un vernis est déconseillée. Pourquoi?

EXERCICES

N'oubliez pas l'exercice résolu n°11 p. 110 et 111 du livre.

Guide des exercices

Tous les exercices qui suivent correspondent à des révisions de Seconde. Ils sont classés par thème : densité, extraction, chromatographie, hydrodistillation. Il faut avoir vu au moins deux exercices dans chaque thème.

Une fois ces révisions réalisées, vous pourrez tenter les exercices du livre pages 105 à 112, à l'exception des n°1, 7, 8 et 12, contenant des notions qui seront traitées dans la chapitre 6. Attention, les données des exercices sont regroupées page 105.

Densité & masse volumique

5.1 Calculs de densités

On donne la masse de divers volumes d'espèces chimiques :

Espèce chimique	Volume (mL)	Masse (g)
Éthanol	60	49
Acétaldéhyde	50	40
Acide nitrique	30	42

a. Donner la formule de la densité d'un liquide par

rapport à l'eau (préciser les unités).

b. Déterminer la densité de chaque espèce chimique, dans les conditions telles que 1 g d'eau occupe un volume de 1 mL.

5.2 Mesure de la densité de l'heptane

L'heptane est un solvant. Pour déterminer sa densité, on verse 50,0 mL d'heptane dans une éprouvette graduée, que l'on pèse sur une balance de précision; la masse mesurée est de 94,35 g (l'éprouvette graduée avait aussi été pesée vide, on avait trouvé 60,35 g).

- Calculer la masse d'heptane contenue dans l'éprouvette graduée.
- Calculer la masse volumique de l'heptane.
- En déduire la densité de l'heptane.

5.3 Densités & masse volumique

- L'acétate d'éthyle est un solvant organique de masse volumique $\mu = 0,9 \text{ g.cm}^{-3}$. Quelle est sa densité?
- La densité du lait est $d = 1,033$. Calculer sa masse volumique, en kg/L et en kg/m^3 .

Extractions

5.4 Extraction de la caféine du Coca-Cola

La caféine est un des constituants du Coca-Cola, dans lequel elle est en solution. On désire mener à bien l'extraction de la caféine.

- Avant toute chose, il faut dégazéifier le Coca-Cola. Proposer une méthode expérimentale.
- À l'aide des tableaux ci-dessous, choisir le solvant le mieux adapté à cette extraction. Justifie ton choix par 4 arguments clés.

Solvant	Solubilité de la caféine	Miscibilité avec l'eau
Eau	+	oui
Éthanol	+	oui
Acétone	+	non
Cyclohexane	++	non
Dichlorométhane	++	non
Éther	++	non

Solvant	Temp. d'ébull.	Risques	Dens. d
Eau	100 °C		1,000
Éthanol	80 °C	F	0,81
Acétone		F	0,79
Cyclohexane	80,7 °C	F	0,78
Dichlorométhane	40 °C	Xn	1,325
Éther	34 °C	F+	0,71

- Représenter l'ampoule à décanter et les deux phases qui apparaissent après décantation. Indiquer le nom de chaque phase.

5.5 Extraction de l'essence de lavande

Par hydrodistillation de fleurs de lavande, on obtient un distillat parfumé, qui ne permet cependant pas de récupérer l'huile essentielle par simple décantation. Il faut réaliser une extraction par solvant de l'huile essentielle contenue dans le distillat.

- Le distillat obtenu a un aspect trouble et blanchâtre. Expliquer pourquoi, et expliquer alors pourquoi il est nécessaire de procéder à une seconde extraction, par solvant.
- À l'aide des tableaux ci-dessous, choisir le solvant le mieux adapté à cette extraction. Justifie le choix par quatre arguments clés.

Solvant	Solubilité de l'huile essentielle	Miscibilité avec l'eau
Eau	-	oui
Eau salée	-	oui
Éthanol	++	oui
Acétone	+	non
Cyclohexane	+++	non
Dichlorométhane	++	non
Éther	+++	non

Solvant	Temp. d'ébull.	Risques	Dens. d
Eau	100 °C		1,000
Eau salée	94 °C		1,1
Éthanol	80 °C	F	0,81
Acétone		F	0,79
Cyclohexane	80,7 °C	F	0,78
Dichlorométhane	40 °C	Xn	1,325
Éther	34 °C	F+	0,71

- Représenter les 2 phases qui apparaissent après décantation dans l'ampoule à décanter. Indiquer le nom de chaque phase.

Chromatographies

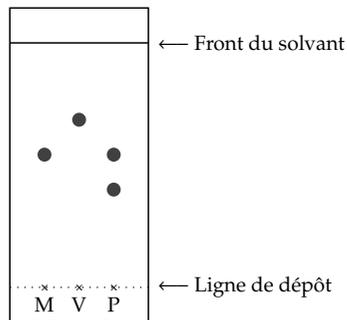
5.6 Chromatographie comparative

On désire identifier les constituants d'un additif alimentaire utilisé comme arôme dans les sucreries. On procède à une chromatographie sur couche mince avec un éluant approprié. Sur la ligne de dépôt, on dépose :

- une goutte menthol : M;
- une goutte de vanilline : V;
- une goutte du produit à étudier : P.

- Définir les termes : *chromatographie*, *éluant*, *ligne de dépôt*, *front du solvant*.
- Après élution, il apparaît des taches caractéristiques des constituants séparés. Le chromato-

gramme obtenu est présenté (en taille réelle) ci-dessous.



Combien y-a-t-il de constituants dans le produit testé ?

- c. Quel sont ceux que l'on peut identifier ?
 d. Donner la définition du rapport frontal R_f . Calculer le rapport frontal du menthol (faites les mesures sur les schémas, la réduction lors de la photocopie est sans effet sur les valeurs des rapports frontaux).

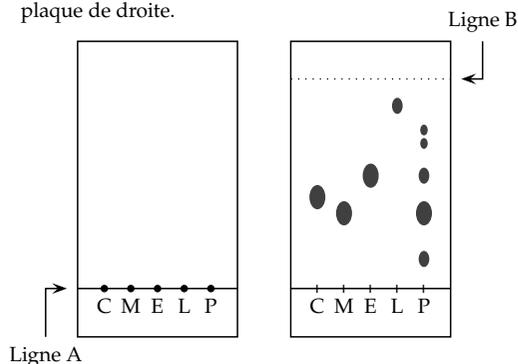
5.7 Pastille pour la toux

On se propose d'extraire et d'identifier quelques constituants d'une pastille pour la toux. Cette pastille est broyée, puis dissoute dans 20 mL d'eau ; On ajoute 5 mL de cyclohexane, solvant dans lequel les constituants recherchés sont beaucoup plus solubles que dans l'eau.

En utilisant une ampoule à décanter, on récupère la phase organique, notée P par la suite. On réalise alors une chromatographie sur couche mince. Sur la ligne A, on dispose, de droite à gauche :

- une goutte de citral C ;
- une goutte de menthol M ;
- une goutte d'eucalyptol E ;
- une goutte de limonène L ;
- une goutte du produit à analyser P.

Après élution et révélation, on obtient l'aspect de la plaque de droite.



Ligne A

- a. Dessiner l'ampoule à décanter en précisant la position des deux phases.
 b. Quels sont les noms des lignes A et B ?
 c. Quelle précaution expérimentale doit-on prendre à propos du volume d'éluant à introduire dans la cuve à chromatographie ?
 d. Les constituants analysés sont tous incolores ; Quelles techniques peut-on utiliser pour les révéler sur le chromatogramme ?
 e. Quels constituants la pastille étudiée semble-t-elle contenir ?
 f. Déterminer le rapport frontal R_f du menthol (l'échelle de la figure est sans effet sur les valeurs des rapports frontaux).

Donnée : Masse volumique du cyclohexane : $0,78 \text{ g.cm}^{-3}$.

Hydrodistillation

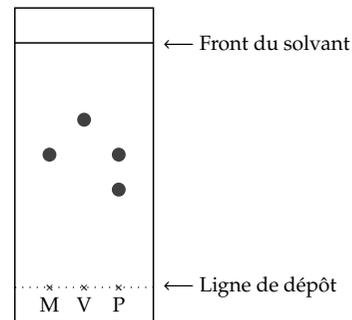
5.8 À partir du TP "clous de girofle"

Pour cet exercice, on se reportera utilement soit à l'énoncé du TP de Spécialité n°5, soit à l'exercice n°6 p. 107 de votre livre.

- a. Que signifie la terminaison *ol* du nom eugénol ?
 b. Pourquoi parle-t-on d'une distillation et non d'une distillation ?
 c. Pourquoi faut-il *toujours* placer le chauffe-ballon sur un support élévateur ?
 d. Quel est le rôle des grains de pierre ponce ou des billes de verre ?
 e. Quel est le rôle du réfrigérant ?
 f. Pourquoi l'eau froide doit-elle pénétrer par l'entrée basse du réfrigérant ?
 g. Expliquer l'aspect trouble et blanchâtre du distillat.
 h. Si possible, distinguer deux phases dans le distillat : phase organique appelée huile essentielle et phase aqueuse. Laquelle des deux phases surnage ? Quelle méthode expérimentale permet de le vérifier ? Quelle donnée numérique permet d'en être certain ?
 i. Pourquoi a-t-on procédé à un relargage ? Quel est le rôle du chlorure de sodium ajouté ? Peut-on procéder d'une autre manière ?
 j. Dans l'extraction, pourquoi conserve-t-on la phase supérieure ? Quel est l'intérêt de recommencer l'extraction deux fois ?
 k. Expliquer le principe de l'entraînement de l'huile essentielle par la vapeur d'eau (2 phrases maxi).

5.9 N°11 p. 110 : Un arôme, la menthone

gramme obtenu est présenté (en taille réelle) ci-dessous.



Combien y-a-t-il de constituants dans le produit testé ?

- c. Quel sont ceux que l'on peut identifier ?
 d. Donner la définition du rapport frontal R_f . Calculer le rapport frontal du menthol (faites les mesures sur les schémas, la réduction lors de la photocopie est sans effet sur les valeurs des rapports frontaux).

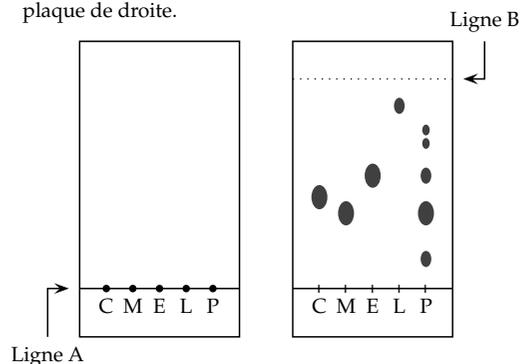
5.7 Pastille pour la toux

On se propose d'extraire et d'identifier quelques constituants d'une pastille pour la toux. Cette pastille est broyée, puis dissoute dans 20 mL d'eau ; On ajoute 5 mL de cyclohexane, solvant dans lequel les constituants recherchés sont beaucoup plus solubles que dans l'eau.

En utilisant une ampoule à décanter, on récupère la phase organique, notée P par la suite. On réalise alors une chromatographie sur couche mince. Sur la ligne A, on dispose, de droite à gauche :

- une goutte de citral C ;
- une goutte de menthol M ;
- une goutte d'eucalyptol E ;
- une goutte de limonène L ;
- une goutte du produit à analyser P.

Après élution et révélation, on obtient l'aspect de la plaque de droite.



Ligne A

- a. Dessiner l'ampoule à décanter en précisant la position des deux phases.
 b. Quels sont les noms des lignes A et B ?
 c. Quelle précaution expérimentale doit-on prendre à propos du volume d'éluant à introduire dans la cuve à chromatographie ?
 d. Les constituants analysés sont tous incolores ; Quelles techniques peut-on utiliser pour les révéler sur le chromatogramme ?
 e. Quels constituants la pastille étudiée semble-t-elle contenir ?
 f. Déterminer le rapport frontal R_f du menthol (l'échelle de la figure est sans effet sur les valeurs des rapports frontaux).

Donnée : Masse volumique du cyclohexane : $0,78 \text{ g.cm}^{-3}$.

Hydrodistillation

5.8 À partir du TP "clous de girofle"

Pour cet exercice, on se reportera utilement soit à l'énoncé du TP de Spécialité n°5, soit à l'exercice n°6 p. 107 de votre livre.

- a. Que signifie la terminaison *ol* du nom eugénol ?
 b. Pourquoi parle-t-on d'une distillation et non d'une distillation ?
 c. Pourquoi faut-il *toujours* placer le chauffe-ballon sur un support élévateur ?
 d. Quel est le rôle des grains de pierre ponce ou des billes de verre ?
 e. Quel est le rôle du réfrigérant ?
 f. Pourquoi l'eau froide doit-elle pénétrer par l'entrée basse du réfrigérant ?
 g. Expliquer l'aspect trouble et blanchâtre du distillat.
 h. Si possible, distinguer deux phases dans le distillat : phase organique appelée huile essentielle et phase aqueuse. Laquelle des deux phases surnage ? Quelle méthode expérimentale permet de le vérifier ? Quelle donnée numérique permet d'en être certain ?
 i. Pourquoi a-t-on procédé à un relargage ? Quel est le rôle du chlorure de sodium ajouté ? Peut-on procéder d'une autre manière ?
 j. Dans l'extraction, pourquoi conserve-t-on la phase supérieure ? Quel est l'intérêt de recommencer l'extraction deux fois ?
 k. Expliquer le principe de l'entraînement de l'huile essentielle par la vapeur d'eau (2 phrases maxi).

5.9 N°11 p. 110 : Un arôme, la menthone

Corrigé 5

Extraire et identifier

QUESTIONS

Q1 Hydrodistillation : extraction de substances volatiles par entraînement à la vapeur d'eau et condensation sous forme d'un distillat.

Relargage : saturation en ions de la solution aqueuse, pour diminuer encore plus la solubilité des espèces organiques dans la phase aqueuse.

Extraction par solvant : utilisation d'un solvant pour dissoudre une substance chimique, et ainsi l'extraire de son milieu initial.

Chromatographie : technique d'identification basée sur la migration plus ou moins forte des espèces chimiques contenues dans une solution, le long d'une phase fixe.

Éluant : solvant utilisé lors de la chromatographie.

Phase fixe : plaque de papier, plaque de plastique ou d'aluminium recouverte de silice, ou colonne remplie de silice servant de support pour l'ascension par capillarité des différentes espèces chimiques.

Migration : montée des espèces chimiques le long de la phase fixe, par capillarité.

Chromatogramme : résultat obtenu en fin de chromatographie, laissant apparaitre les taches obtenues.

Rapport frontal : rapport de la distance parcourue d par l'espèce considérée, sur la distance D parcourue par l'éluant, sur la phase fixe.

$$R_f = \frac{d}{D}$$

Densité : pour un liquide, par rapport à l'eau, rapport de la masse du liquide sur la masse du même volume d'eau, dans les mêmes conditions de température et de pression. De manière équivalente, rapport des masses volumiques du liquide et de l'eau.

$$d = \frac{m}{m_{\text{eau}}} = \frac{\mu}{\mu_{\text{eau}}}$$

Masse volumique : rapport de la masse d'une substance, sur le volume qu'elle occupe.

$$\mu = \frac{m}{V}$$

Q2 Verser une goutte d'eau dans l'ampoule à décantier, et regarder où elle va. Alternativement, connaître les densités des deux phases.

Q3 Mettre les épinards à chauffer, les manger en sauce blanche, c'est bien meilleur que d'avaler des vapeurs de propanone.

Q4 Le goudron, composé de fractions *lourdes* du pétrole, est soluble dans le *White spirit*, est pas dans l'eau. Remarque : sous l'appellation commerciale *White spirit*, se cache un mélange d'alcane entre C_8 et C_{12} . C'est un solvant économique, quoique nocif et inflammable.

Q5 Le *White spirit* risque de dissoudre la peinture ou le vernis en même temps que le goudron !

- le solvant doit être volatil, pour faciliter son élimination par chauffage ;
- le solvant ne doit pas être trop dangereux.

Ces considérations amènent à préférer le dichlorométhane.

- c. $d_{\text{dichloromethane}} > d_{\text{eau}}$ donc l'eau surnage. Le dichlorométhane constitue l'essentiel de la phase organique qui est en bas, la phase aqueuse étant en haut dans l'ampoule à décantier.

5.5 Extraction de l'essence de lavande

Chromatographies

5.6 Chromatographie comparative

5.7 Pastille pour la toux

- a. La phase organique est la phase supérieure (cyclohexane).
 b. Ligne A : ligne de dépôt ; Ligne B : front de l'éluant.
 c. La ligne de dépôt ne doit pas être immergée dans l'éluant.

d. Il faut effectuer une révélation de la plaque : soit en la plongeant dans une solution de permanganate de potassium ($K^+ + MnO_4^-$) violette, soit en la plaçant dans des vapeurs de diiode I_2 qui vont oxyder les produits chimiques déposés sur la plaque, soit, si on a la chance d'avoir des plaques à chromatographie absorbant les ultraviolets (uv), en plaçant la plaque sous une lampe à uv (la plaque va absorber les uv partout, sauf aux endroits où il reste des espèces chimiques à sa surface ; D'où l'apparition de taches).

e. La pastille semble contenir du menthol et de l'eucalyptol.

f. $R_f(\text{menthol}) \approx 0,4$.

Hydrodistillation

5.8 À partir du TP "clous de girofle"

5.9 N°11 p. 110 : Un arôme, la menthone

Cet exercice est corrigé dans votre livre, page 111. Les données sont regroupées page 105.

★★

EXERCICES

Densité & masse volumique

5.1 Calculs de densités

a. Avec m et m_{eau} en kg et d sans unité :

$$d = \frac{m}{m_{\text{eau}}}$$

b.

Espèce chimique	m_{eau} (g)	m (g)	d
Éthanol	60	49	0,82
Acétaldéhyde	50	40	0,80
Acide nitrique	30	42	1,4

5.2 L'heptane

a. $m = 94,35 - 60,35 = 34,00 \text{ g}$.

b. Avec $V = 50,0 \text{ mL} = 50,0 \text{ cm}^3$,

$$\mu = \frac{m}{V} = \frac{34,00}{50,0} = 0,68 \text{ g.cm}^{-3}$$

c. Pour l'eau : $\mu_{\text{eau}} = 1 \text{ g/mL} = 1 \text{ g.cm}^{-3}$, donc :

$$d = \frac{\mu}{\mu_{\text{eau}}} = \frac{0,68}{1} = 0,68$$

5.3 Densités & masses volumiques

Extractions

5.4 Extraction de la caféine du Coca-Cola

a. Pour enlever le dioxyde de carbone dissous dans le Coca-Cola, le plus simple consiste à procéder à une agitation vigoureuse sur agitateur magnétique, éventuellement sous aspiration à l'aide d'une trompe à vide.

b. Les quatre critères de choix du solvant :

- la caféine doit être plus soluble dans le solvant que dans l'eau ;
- le solvant ne doit pas être miscible à l'eau ;