

Question 1 (Question de cours) : (4.5 pts)

1. Citer quelques (03) méthodes de séparation des mélanges hétérogènes, peut-on les utiliser pour la séparation des mélanges homogènes ? Justifiez votre réponse.

Réponse : *la décantation, la filtration, la centrifugation.*

2. Le choix d'un solvant extractive repose sur différents paramètres, les quels ?

Réponse : *Ce choix repose sur différents paramètres ;*

- *Son état physique ; il doit être liquide à la température et la pression de l'extraction.*
- *Sa non miscibilité avec à la phase à extraire.*
- *Sa capacité à dissoudre facilement l'espèce à extraire.*
- *Facilement éliminés après extraction, ayant un point d'ébullition bas et le plus éloigné possible de celui l'espèce à extraire.*
- *Son inertie chimique vis-à-vis de la solution à extraire.*
- *Sa toxicité, on choisit le solvant le peu toxique que possible.*
- *Son cout, on choisit lorsque cela est possible le solvant le moins cher possible*

3. Que signifie les acronymes suivants : CCM, CPG, HPLC.

Réponse : *CCM : Chromatographie sur Couche Mince, CPG : Chromatographie en Phase Gazeuse, HPLC : Chromatographie Liquide Haute Performance.*

Question 2 (6 pts):

On extrait 15 mL d'une substance S dans une solution aqueuse à 70 mg/L par 3 mL d'ether diéthylique.

Le coefficient de partage ether diéthylique/ eau est égal à 10.

1. Quelles sont les conditions nécessaires pour une extraction de bonne qualité ?

Réponse : *L'extraction correspond au passage partiel d'un soluté d'un liquide d'échantillon vers un solvant d'extraction. Elle repose sur la différence d'affinité du soluté entre deux phases liquides non-miscibles entre elles.*

- *Le solvant d'extraction et le liquide d'échantillon ne doivent pas être miscibles l'un dans l'autre;*
- *Le solvant d'extraction doit présenter une grande solubilité pour le soluté à extraire*
- *Si le composé est un acide faible ou une base faible, tenir compte de l'influence du pH;*
- *L'extraction nécessite une agitation afin d'augmenter l'interface entre les deux phases et d'atteindre l'équilibre plus rapidement.*

2. Calculer la quantité de la substance S extraite, en déduire la quantité restante dans la phase aqueuse.

Réponse :

V_{org} = volume de l'ether diéthylique = 3 mL.

V_{aq} = volume de soluté injectable = 15 mL.

P = coefficient de partage $K_p = 10$.

C_o = concentration initiale dans la solution aqueuse = 70 mg/L.

C_n = concentration restante dans la solution aqueuse après extraction.

Q_o = quantité de S initiale.

Q_n = quantité de S restant dans la phase aqueuse.

q_{org} = quantité de S dans la phase organique.

$$C_n = C_o \times (1 / (1 + P \times V_{\text{org}} / V_{\text{aq}})) = 70 \times (1 / (1 + 10 \times 3 / 15)) = 23,33 \text{ mg/L}$$

$$Q_n = C_n \times V_{\text{aq}} = 23,33 \times 15 \cdot 10^{-3} = 0,35 \text{ mg}$$

$$Q_o = C_o \times V_{\text{aq}} = 70 \times 15 \cdot 10^{-3} = 1,05 \text{ mg}$$

$$Q_{\text{org}} = Q_o - Q_n = 1,05 - 0,35 = 0,7 \text{ mg}$$

3. Quel est le rendement de cette extraction ? est elle efficace? Justifier votre réponse.

Réponse : Rendement = $R = q_{\text{org}} / q_o = 0,7 / 1,05 = 66,67\%$

Cette extraction n'est pas vraiment efficace. En effet, lorsque l'on procède à une extraction, un des buts à atteindre est de récupérer la plus grande quantité possible de substance S à l'aide d'un solvant extractif. Plus Q_B sera proche de Q_o , meilleur sera le rendement d'extraction et efficace sera l'extraction, dans notre cas 33,33% de la quantité de la substance S n'a pas été extraite.

4. Comment peut-on améliorer le rendement de l'extraction ?

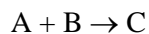
Réponse : Le rendement d'extraction dépend du solvant et du soluté et par conséquent de la constante de distribution, du volume de solvant d'extraction et du nombre d'opérations effectuées. En pratique pour améliorer le rendement de l'extraction nous pouvons utiliser un volume plus important de solvant extractif.

L'extraction est d'autant plus efficace que la substance à extraire est plus soluble dans le solvant d'extraction que dans son solvant original, donc il faut sélectionner un solvant ayant un K_p plus grand.

Le rendement d'extraction sera aussi meilleur lorsqu'une extraction multiple est réalisée par rapport à une extraction simple.

Question 3 (4 pts):

Soit la réaction :



L'évolution de cette réaction a été suivie par chromatographie sur couche mince (Gel de silice). Les dépôts effectués sont : les témoins (les composés A et B) et le mélange réactionnel (M). Le mélange de solvant utilisé (éluant) étant : éther de pétrole / éther diéthylique (80/20).

1. En fonction de quel(s) critère(s) les différents composés vont-ils être séparés en chromatographie sur couche mince.

Réponse : La CCM repose sur l'entraînement d'un les différents composés par une phase mobile à travers une phase stationnaire. Celle-ci retient plus ou moins fortement les substances en fonction de leurs polarité.

2. Analyser le chromatogramme ci-dessus.

a. Est-ce que la réaction est totale ? justifier votre réponse.

Réponse : Oui la réaction est totale car un des composés de départ a été consommé (le composé B).

b. Calculer les rapports frontaux des composés : A, B et C.

Réponse : $R_f = h/H$.

$$R_f (A) = h/H = 2/5 = 0,4$$

$$R_f (B) = h/H = 3/5 = 0,6$$

$$R_f (C) = h/H = 1/5 = 0,2$$

c. Classer les composés A, B et C par ordre de polarité croissante.

Réponse : $B \rightarrow A \rightarrow C$.

Question 4 (5.5 pts):

Un mélange d'alkyles de bromes est séparé par CPG. Les paramètres de la colonne sont : $L = 150 \text{ cm}$, $T = 140^\circ\text{C}$, gaz vecteur He, débit = $20 \text{ cm}^3/\text{min}$, détection FID.

Le chromatogramme a été obtenu avec un mélange de composition inconnue. Le tableau ci-dessous résume les données pour les différents pics.

Pics	A	B	C	D	E	F
t_R (s)	$t_m = 25$	177	750	1029	1222	1775
l (s)	1,7	11,8	54,5	68,6	81,5	118,3
Aire (cm ³)	0,01	18,1	101,1	26,5	98,9	61,0

1. Calculer la résolution entre les pics B-C, C-D, D- E, et E-F, commenter les valeurs de R.

Réponse : $R = 2 (t_2 - t_1)/(l_2 + l_1)$,

$$R_{B-C} = 2 (750-177)/(11,8+54,5) = 17,29,$$

$$R_{C-D} = 2 (1029-750)/(68,6+54,5) = 4,53,$$

$$R_{D-E} = 2 (1222-1029)/(68,6+81,5) = 2,57,$$

$$R_{E-F} = 2 (1775-1222)/(118,3+81,5) = 5,53.$$

Les 4 pics sont bien résolus.

2. Déterminer le nombre de plateaux théoriques N, pour les pics B, C, D et E ?

Réponse : $N = 16 (t_R/l)^2$

$$N_B = 16(177/11,8)^2 = 3600 \text{ plateaux et } N_C = 3030 ; N_D = 3600 ; N_E = 3600 .$$

3. Quelle peut être la longueur de la colonne minimale pour que les pics D et E puissent être résolus avec un minimum de recouvrement ?

Réponse : $R_{D-E} = 2,57$, Or R est proportionnel à \sqrt{L} , alors, $R'/R = \sqrt{(L'/L)}$, et une séparation avec minimum de recouvrement correspond à une $R = 1$.

$$\text{Alors, } (R'/R)^2 \times L = L', (1/2,57)^2 \times 150 = \sqrt{(L')}, \text{ donc } L' = 23 \text{ cm.}$$

4. Déterminer le t_R du composé D et celui de E sur cette nouvelle colonne ?

Réponse : $t_R(D) = 157,78 \text{ s}$

$$t_R(E) = 187,37 \text{ s}$$

