



Chapitre 7

Séparation et purification – Exercices

EXERCICE 1 : Extraction de l'acide benzoïque

L'acide benzoïque C_6H_5COOH est utilisé comme conservateur alimentaire. Il est référencé en Europe sous le code E210. Lors d'une séance de TP, un élève souhaite extraire l'acide benzoïque présent dans un soda. Il propose pour cela d'utiliser de l'éthanol.

1. Commenter ce choix de solvant.
2. Proposer un protocole détaillé pour réaliser cette extraction.

Données :

Solvant	Solubilité de l'acide benzoïque dans le solvant en $g.L^{-1}$ à 25°C	Densité	Miscibilité avec l'eau
Eau	2,4	1,00	
Éther diéthylique	23	0,71	Non miscible
Éthanol	43	0,79	Miscible

EXERCICE 2 : Séparation de solvants

Au laboratoire, un technicien récupère un bidon dans lequel les élèves ont versé des restes de solvants utilisés pendant la séance de travaux pratiques de chimie organique. Ce bidon contient un mélange d'eau, de cyclohexane et d'éther diéthylique. En raison du faible volume de ce mélange, il souhaite récupérer séparément le cyclohexane et l'éther diéthylique lui-même plutôt que d'envoyer ce bidon à une entreprise spécialisée dans le recyclage.

1. Indiquer le nombre de phases que contient ce bidon.
2. Proposer un mode opératoire permettant de récupérer séparément le cyclohexane et l'éther diéthylique.

Données :

Solvant	Température d'ébullition	Densité	Miscibilité
Eau	100 °C	1,00	Non miscible à l'éther diéthylique Non miscible au cyclohexane
Éther diéthylique	35 °C	0,71	Non miscible à l'eau Miscible au cyclohexane
Cyclohexane	81 °C	0,78	Non miscible à l'eau Miscible à l'éther diéthylique

EXERCICE 3 : Extraction de l'huile essentielle de lavande

La lavande doit sa renommée à son essence. L'huile essentielle de lavande peut être extraite des fleurs de lavande par hydrodistillation.

1. Rappeler le principe de l'hydrodistillation.
2. Réaliser le schéma du dispositif expérimental utilisé.
3. Dans quel récipient recueille-t-on l'huile essentielle ?



Le distillat obtenu par hydrodistillation est un liquide trouble auquel on ajoute du chlorure de sodium $NaCl(s)$.



- Nommer cette opération. Quel est son but ?
- Indiquer le solvant qu'il est judicieux d'utiliser pour extraire l'huile essentielle de lavande du distillat.
- Donner un protocole détaillé de cette extraction.

Données :

Solvant	Solubilité de l'huile essentielle de lavande	Densité	Miscibilité avec l'eau
Eau salée	Très faible	1,1	
Éthanol	Soluble en toutes proportions	0,79	Miscible
Cyclohexane	Soluble en toutes proportions	0,78	Non miscible

EXERCICE 4 : Distillation fractionnée d'un vin

En 2013, un alcool artisanal intoxiqua 378 personnes et fit 51 morts : l'alcool est « frelaté » au méthanol.

Le méthanol est présent en très faible quantité dans un vin commercial. Il se forme en amont de la fermentation. Une concentration en méthanol supérieure à 400 mg.L⁻¹ discrédite un vin rouge ; le méthanol pouvant rendre aveugle, provoquer une insuffisance rénale et entraîner la mort.

On souhaite identifier la présence de méthanol dans un vin artisanal en recueillant celui-ci par distillation fractionnée.



- Réaliser le schéma du montage de distillation fractionnée. Le légènder.
- À l'aide des représentations de Lewis des différents solvants utilisés, indiquer les interactions intermoléculaires dans l'eau, l'éthanol et le méthanol.
- Ces interactions au niveau microscopique permettent-elles d'expliquer les différences de température d'ébullition de l'eau, de l'éthanol et du méthanol ? Quel autre paramètre doit-être pris en compte ?
- Indiquer le premier liquide recueilli dans l'éprouvette et la température indiquée par le thermomètre pendant la première partie de la distillation.

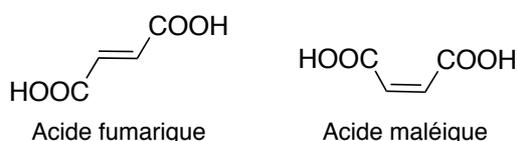
Données :

Solvant	Température d'ébullition (°C)	Masse molaire moléculaire (g.mol ⁻¹)
Eau	100	18
Éthanol	78,4	46
Mélange eau / éthanol	78,2	
Méthanol	64,7	32

EXERCICE 5 : Purification par recristallisation

L'acide fumarique est un acide dicarboxylique insaturé. Il est présent dans les fumeterres, les bolets, les lichens et la mousse d'Islande. Il est utilisé comme additif alimentaire par l'industrie alimentaire depuis 1946. En chimie, on l'utilise notamment dans la fabrication de résines et la fixation de certaines teintures.

Un technicien dispose d'un échantillon d'acide fumarique contenant des traces d'acide maléique. Il souhaite le purifier.



- Quelle technique peut être employée pour purifier cet échantillon ? En rappeler le principe.



- À l'aide des données ci-dessous, préciser si l'eau constitue un solvant adéquat à la mise en œuvre de la technique mentionnée ci-dessus.
- Quelle relation d'isomérisie existe-t-il entre l'acide fumarique et l'acide maléique ?
- Justifier, par une analyse structurale, la différence de solubilité dans l'eau de l'acide fumarique et de l'acide maléique.

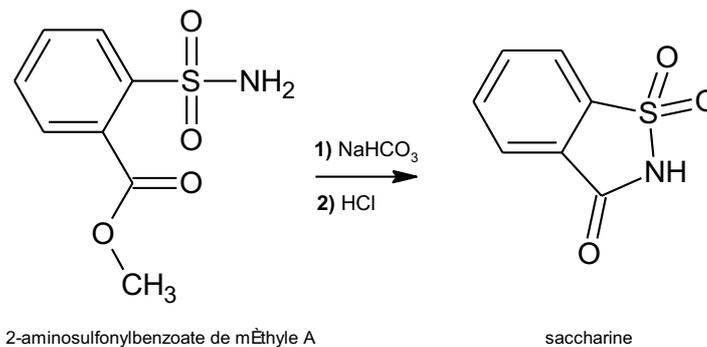
Données :

Espèce chimique	Solubilité dans l'eau à 298 K (g.L ⁻¹)	Solubilité dans l'eau à 373 K (g.L ⁻¹)
Acide fumarique	7,0	100
Acide maléïque	790	4000

EXERCICE 6 : Recristallisation de la saccharine

Découverte en 1879, la saccharine est l'édulcorant le plus ancien. Son pouvoir sucrant étant 300 à 400 fois plus élevé que celui du saccharose (sucre de table), la saccharine est un édulcorant très intense fréquemment utilisé pour donner un goût sucré aux boissons.

On peut la synthétiser facilement au laboratoire en deux étapes indiquées ci-dessous :



Destinée à la consommation, la saccharine doit être purifiée après synthèse et extraction car le produit brut peut contenir des impuretés comme des traces de réactif A ou du chlorure de sodium NaCl.

Le protocole de purification choisi est une purification par recristallisation dans l'eau.

Espèce chimique	Données
2-aminosulfonylbenzoate de méthyle A	Très peu soluble dans l'eau à 25 °C Soluble dans l'eau à 100 °C Soluble dans l'acétone et l'éthanol
saccharine	Solubilité dans l'eau : 3,45 g.L ⁻¹ à 25 °C et 40 g.L ⁻¹ à 100 °C
chlorure de sodium NaCl	Très soluble dans l'eau froide ou l'eau chaude

- Rappeler très brièvement la mise en œuvre classique de la recristallisation d'un solide dans un solvant.
- Donner le protocole de recristallisation à mettre en œuvre pour purifier 2,0 g de saccharine brute.
- Sur la base des données de solubilité, donner un ordre de grandeur de la quantité totale d'eau utilisée pour dissoudre la saccharine.
- Préciser si la recristallisation a permis de se débarrasser de toutes les impuretés.



5. Proposer deux méthodes permettant de vérifier la pureté du solide obtenu.
6. La masse de saccharine obtenue est de 1,8 g. En déduire le rendement de cette purification.

EXERCICE 7 : Hydrodistillation de l'estragon

L'estragole est une substance utilisée en parfumerie et entrant dans la composition d'arômes pour les aliments et les boissons. L'estragole existe dans les essences d'estragon (environ 75 %), de basilic, d'anis et de fenouil.

L'essence d'estragon par hydrodistillation des feuilles d'estragon à partir du protocole suivant :

- « - Dans un ballon de 500 mL, on introduit 200 mL d'eau distillée, des feuilles finement coupées d'estragon frais et quelques grains de pierre ponce.
- On réalise le montage d'hydrodistillation et on porte à ébullition le mélange contenu dans le ballon.
 - On laisse se poursuivre la distillation jusqu'à obtenir environ 50 mL de distillat ; le distillat est trouble.
 - On ajoute au distillat 5 g de chlorure de sodium que l'on dissout par agitation.
 - On verse ensuite le distillat dans une ampoule à décanter et on introduit 10 mL de solvant extracteur.
 - Après agitation et décantation, on récupère la phase organique.
 - On ajoute ensuite du sulfate de magnésium anhydre.
 - Après filtration, on obtient une solution d'huile essentielle, notée H. »

	Estragole	Cyclohexane	Dichlorométhane	Ethanol	Eau	Eau salée
Densité	0,96	0,78	1,3	0,79	1,0	1,1
Solubilité de l'estragole	/	Soluble	Soluble	Soluble	Peu soluble	Très peu soluble
Miscibilité avec l'eau	/	Non miscible	Non miscible	Miscible	/	Miscible
Pictogrammes						
Mentions de danger		H315 - Provoque une irritation cutanée H304 – Peut être mortel en cas d'ingestion et de pénétration dans les voies respiratoires.	H351 - Susceptible de provoquer le cancer	H225 - Liquide et vapeurs très inflammables		

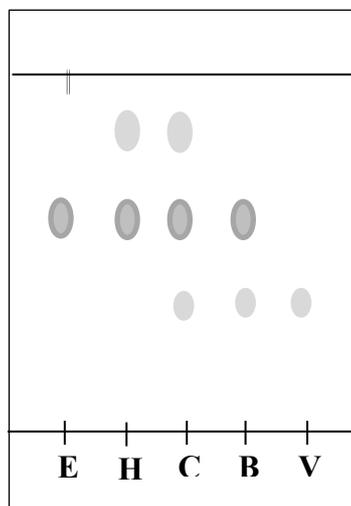


1. Schématiser et légender le montage d'hydrodistillation.
2. Expliquer le principe d'une hydrodistillation en indiquant notamment le rôle de l'eau introduite dans le ballon.
3. Pourquoi le distillat obtenu est-il trouble ?
4. Justifier l'ajout du chlorure de sodium au distillat.
5. Quel solvant extracteur faut-il choisir ? Justifier avec les données.
6. Schématiser l'ampoule à décanter, après agitation et décantation. Préciser les positions de la phase aqueuse et de la phase organique. Justifier à partir des données.
7. Quelle est la phase que l'on récupère à l'issue de la manipulation ?
8. On se propose de vérifier la présence d'estragole dans l'essence d'estragon obtenue par hydrodistillation, ainsi que dans des essences d'estragon, de basilic et d'anis vert du commerce.

On réalise les 6 solutions suivantes dans le cyclohexane :

- Estragole pur, notée E
- Essence d'estragon du commerce, notée C
- Essence de basilic du commerce, notée B
- Solution H
- Essence d'anis du commerce, notée V

Sur une plaque de silice sensible au rayonnement ultra-violet, on effectue les dépôts de chacune de ces six solutions. Le chromatogramme est reproduit ci-après :



Le chromatogramme permet-il les vérifications attendues ? Justifier.