

Thème 2—LA SANTE

S15-ACT EXP Réalisation d'une extraction par solvant puis séparation

Objectifs

- *Élaborer et mettre en œuvre un protocole d'extraction à partir d'informations provenant d'étiquettes et de divers documents sur les propriétés physiques des espèces chimiques recherchées.*
- *Utiliser une ampoule à décanter, un dispositif de filtration*

**1. Extraction liquide-liquide du diiode d'un antiseptique**

Le diiode dissout dans l'alcool (« teinture d'iode ») ou dans une solution aqueuse d'iodure de potassium (solution de lugol ou de « Bétadine ») est utilisé en pharmacie comme antiseptique sur les plaies susceptibles de se surinfecter, sur les brûlures et les mycoses. Le diiode est en fait un oxydant qui agit en tuant les micro-organismes au travers de réactions chimiques.



ATTENTION : manipuler le cyclohexane sous la hotte avec gants et lunettes de protection

1) Comparaison de la solubilité du diiode I₂ dans l'eau et dans le cyclohexane**Expérience**

→ Préparer deux tubes à essais avec les mélanges suivants :

- ① tube à essais n°1 : 2 mL d'eau distillée + 2 cristaux de diiode. Boucher, agiter.
- ② tube à essais n°2 : 2 mL de cyclohexane + 2 cristaux de diiode. Boucher, agiter.

Observations et Interprétations

- a. la couleur de la solution dépend-elle du solvant ?
- b. le diiode est-il plus soluble dans l'un des solvants ? Si oui, lequel ?
Aide : plus la solution a une couleur intense, plus la solubilité est grande.
- c. Si tu devais extraire le diiode d'un mélange, quel solvant choisirais-tu : l'eau ou le cyclohexane ?

2) miscibilité entre l'eau et le cyclohexane, densité**Expérience**

→ Préparer le mélange suivant dans un tube à essais :

- ① tube à essais n°3 : 2 mL d'eau colorée (même propriété que l'eau) + 2 mL de cyclohexane.
Boucher, agiter, laisser reposer.

Observations et interprétations

On observe alors dans le tube deux parties distinctes, appelées **phases**.

Les deux solvants, eau et cyclohexane, **ne sont pas miscibles** (c'est à dire qu'ils ne se mélangent pas)

- d. Dessiner et annoter le dispositif expérimental (mettre des couleurs)
- e. Quelle est la couleur du cyclohexane ?
- f. Pourquoi est-il judicieux de prendre de l'eau colorée pour faire cette expérience ?
- g. Dans quelle phase (supérieure ou inférieure) se trouve l'eau ? Le cyclohexane ?
- h. Des informations concernant le cyclohexane sont données l'étiquette du flacon (**voir doc. ci-contre**). Quelle est la densité d de ce solvant ?
- i. Calculer la densité de l'eau en sachant que 1 L d'eau pèse 1000 g
- j. Une propriété importante des liquides, la densité, peut nous permettre de savoir à quel solvant correspond chaque phase lorsqu'on mélange deux liquides non miscibles
Déterminer à l'aide des densités, quel est le liquide surnageant dans le tube à essais.

CYCLOHÉXANE PUR	
Synonyme :	Hexaméthylène
Formule :	C ₆ H ₁₂
Masse molaire :	84,16 g/mol
Teneur mini :	99 %
Température de fusion :	6,5 °C
Température d'ébullition :	80,7 °C
Densité :	0,7781
R :	11-38-50/53-65-67
S :	9-16-33-60-61-62
UN :	1145 - Classe : 3
Groupe :	II
EMSCS :	203-806-2
CAS :	110-82-7

Aide : Lorsque 2 liquides non miscibles sont introduits dans un même récipient, le moins dense surnage : il constitue la phase supérieure, alors que le plus dense constitue la phase inférieure.

3) Extraction du diiode en solution dans l'eau (eau iodée) par le cyclohexane



ATTENTION : avant manipulation de l'ampoule à décanter, lire attentivement l'ANNEXE 2

Expérience

- Verser dans une ampoule à décanter 10 mL (mesurer à l'éprouvette graduée) d'une solution aqueuse de diiode, puis 10 mL (mesurer à l'éprouvette graduée) de cyclohexane.
- Agiter le contenu de l'ampoule en pensant à dégazer de temps en temps, puis laisser reposer (cette étape s'appelle la **décantation**).
- Ouvrir le robinet pour laisser le liquide le plus dense s'écouler dans le bécher. Le refermer lorsque la surface de séparation des deux liquides a atteint le robinet.
- Recueillir la phase supérieure dans un erlenmeyer.

Observations et Interprétations

- k.** Faire un schéma de l'ampoule et de son contenu avant l'agitation, puis après décantation. L'annoter en indiquant les couleurs observées et les solvants correspondant aux différentes phases.
- l.** Expliquer les modifications de couleur qui ont eu lieu.
- m.** Expliquer en quoi l'opération précédente permet d'extraire le diiode de la solution aqueuse.



Récupérer le cyclohexane en fin d'expérience

2. Extraction solide-liquide des arômes d'un zeste d'orange

Le limonène et le citral sont deux arômes utilisés comme excipients dans certains médicaments. On les trouve à l'état naturel dans les zestes d'orange. Ils sont solubles dans l'eau et très solubles dans le cyclohexane.



Expérience

- Introduire dans un erlenmeyer 1 cuillère à soupe de zeste d'orange préalablement mixé
- Ajouter environ 15 mL de cyclohexane mesuré à l'éprouvette graduée
- Boucher l'erlenmeyer et l'agiter énergiquement quelques minutes
- Procéder à la filtration du mélange et recueillir le filtrat dans un tube à essais



Récupérer le filtrat à la fin de l'expérience

Observations et Interprétations

- n.** Pourquoi a-t-on mixé les écorces d'orange ?
- o.** Par quelle méthode pourrait-on analyser le contenu du mélange que constitue le filtrat ? Proposer une méthode et l'illustrer d'un schéma.

ANNEXE 1 : NOTION DE DENSITE

1) Masse volumique

Déf : Elle est notée μ (μ) et elle vaut :

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

m : la masse du corps en kg

V : Le volume du corps en m^3

Rq: La masse volumique peut aussi s'exprimer en $g.cm^{-3}$ avec $1 g.cm^{-3} = 1000 kg.m^{-3}$
ou en $g.L^{-1}$ avec $1 g.L^{-1} = 1 kg.m^{-3}$

Exemple : $\mu_{eau} = 1000 kg.m^{-3} = 1000 g.L^{-1} = 1 g.cm^{-3}$

2) Densité

- La densité d'un liquide ou d'un solide est déterminée par rapport à l'eau

- La densité d'un gaz est déterminée par rapport à l'air

$$d = \frac{m}{m_0}$$

m : la masse d'un volume V du corps

m_0 : la masse du même volume V d'eau

ou:

$$d = \frac{\mu}{\mu_0}$$

μ : la masse volumique du corps

μ_0 : la masse volumique de l'eau

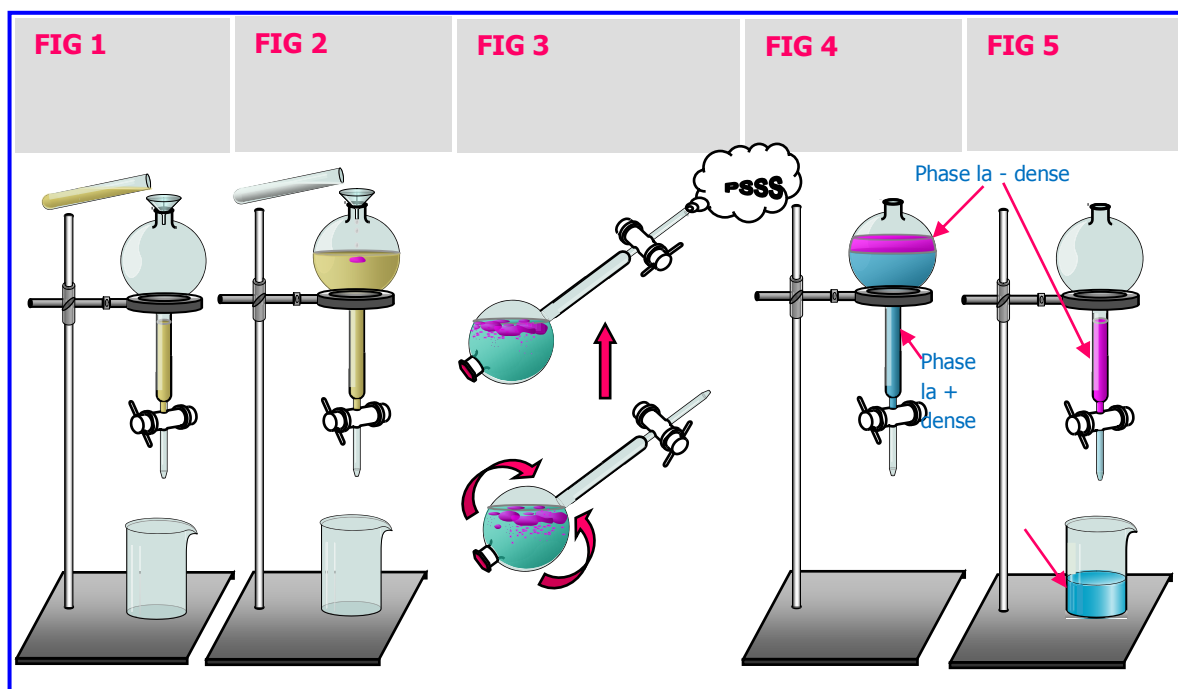
ANNEXE 2 : UTILISER UNE AMPOULE A DECANTER

- ➔ Placer l'ampoule à décanter sur son support avec un bécher dessous. Fermer le robinet
- ➔ Introduire le mélange à traiter dans l'ampoule à l'aide d'un entonnoir (**fig 1**)
- ➔ Ajouter le solvant (**fig 2**) et replacer le bouchon
- ➔ Sortir l'ampoule de son support, la retourner et l'agiter, en ouvrant de temps en temps le robinet pour permettre l'évacuation d'éventuels dégagements gazeux. Cette opération est appelée **dégazage (fig3)**



ATTENTION : L'ampoule à décanter doit être bien bouchée et tenue à 2 mains

- ➔ Replacer l'ampoule sur son support, la déboucher puis laisser reposer 2 à 3 minutes. Cette étape de repos s'appelle la **décantation. (fig4)**
Les 2 liquides non miscibles se séparent progressivement, jusqu'à ce qu'on observe 2 phases bien distinctes.
- ➔ Ouvrir le robinet pour laisser le liquide le plus dense s'écouler dans le bécher. Le refermer lorsque la surface de séparation des deux liquides a atteint le robinet. (**fig 5**)



Matériels

- Lunettes de protection
- Gants
- 3 béchers de 100 mL
- 1 erlenmeyer de 100 mL
- 1 portoir de tubes à essais
- 2 bouchons pour tubes à essais
- 1 éprouvette graduée de 10 mL
- 1 ampoule à décanter + support
- 1 entonnoir
- 1 agitateur en verre
- 1 compte-gouttes ou pipette plastique
- 1 spatule

Produits

- Cyclohexane (sous la hotte)
- solution aqueuse de diiode (environ à 3 %)
- Cristaux de diiode
- Solution de sulfate de cuivre