

Chromatographie sur couche mince; extraction liquide-liquide

I. Chromatographie sur couche mince

Principe de la chromatographie sur couche mince

A partir du document général sur la chromatographie, résumer en 4 lignes le principe de cette chromatographie

Analyse d'huiles essentielles

Vous disposez d'une solution d'huile essentielle dans laquelle vous devez chercher les substances chimiques pures. Justifier le choix de l'éluant en fonction des molécules que vous devez chercher.

II. Extraction de l'acide benzoïque

Solution aqueuse initiale S₀

On dispose d'une solution d'acide benzoïque de concentration voisine de $10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$

On veut déterminer sa concentration précise par dosage.

On dispose d'une solution de soude ($c_b = 2 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$). Proposer un protocole précis.

Mettre ce protocole en œuvre et conclure.

Extraction par un solvant organique

Dans une ampoule à décanter, on introduit un volume $V_0' = 20,0 \text{ mL}$ de la solution S_0 . On ajoute un volume $V = 10,0 \text{ mL}$ de dichlorométhane (densité : $d = 1,33$). On bouche l'ampoule, on l'agite et on la retourne plusieurs fois, en n'oubliant pas de dégazer régulièrement. On repose l'ampoule sur son support puis on enlève le bouchon.

On recueille un volume $10,0 \text{ mL}$ de la phase aqueuse que l'on dose avec une solution d'hydroxyde de sodium de concentration molaire $C_b' = 2,0 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$.

1) Déterminer le volume de soude versé à l'équivalence est V_b'

2) Calculez la quantité n_1 d'acide restant dans la phase aqueuse. En déduire la quantité extraite avec le solvant organique.

3) Dans le cas d'une extraction liquide-liquide, le coefficient de partage K est défini comme le rapport des concentrations molaires d'un même constituant E dans deux phases aqueuse et organique non miscibles :

$$K = \frac{[E]_{org}}{[E]_{aq}}$$

Déterminez le coefficient de partage K_1 . Comparer vos résultats

Extraction multiple

On introduit de nouveau un volume $V_0' = 20,0 \text{ mL}$ de solution S_0 dans une ampoule à décanter. On ajoute un volume $\frac{V}{2} = 5,0 \text{ mL}$ de dichlorométhane.

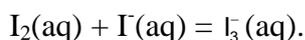
On recueille la phase aqueuse en totalité et on extrait une seconde fois avec le même volume de $5,0 \text{ mL}$ de dichlorométhane. On recueille finalement un volume de $20,0 \text{ mL}$ de phase aqueuse que l'on dose avec la solution d'hydroxyde de sodium de concentration C_b' .

Mesurer le volume équivalent V_b'' .

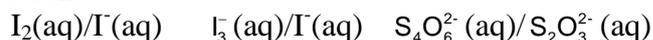
Déterminer le coefficient de partage et conclure.

III. Partage du diiode

Le diiode, espèce chimique colorée, est peu soluble dans l'eau. C'est pourquoi on utilise souvent des solutions de diiode dans l'iodure de potassium; le diiode s'y dissout en plus grande quantité que dans l'eau en raison de la formation du complexe triiodure, I_3^- , suivant la réaction :



Le diiode, I_2 , et l'ion triiodure, I_3^- , se titrent de la même façon par les ions thiosulfate $S_2O_3^{2-}$, les couples oxydant/réducteur mis en jeu sont :



Dans un premier temps nous allons déterminer le coefficient de partage entre le l'eau et le cyclohexane.

Le coefficient de partage ne dépend que de deux solvants, il ne dépend pas de la présence d'autres ions dans la solution.

Le dosage de l'iode extrait par l'iodure de potassium permettra de prévoir l'avancement de la réaction de formation du complexe.

Mode opératoire

Décantation

Dans une ampoule à décanter, agiter vigoureusement 20,00 mL d'une solution de diiode dans du cyclohexane de concentration molaire $4,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$, avec 200,0 mL d'eau prélevée à la fiole jaugée. Laisser décanter. Repérer la phase aqueuse et la phase organique (densité du cyclohexane à 20 °C : 0,7781).

Séparer les deux phases en prélevant chacune d'elles dans un récipient propre et sec.

Titration de la phase aqueuse

Prélever 50,00 mL de la solution avec une fiole jaugée.

Titrer par la solution de thiosulfate de sodium de concentration molaire $5,00 \cdot 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$ en agitant.

Juste avant l'équivalence (coloration jaune très pâle), ajouter quelques gouttes d'empois d'amidon.

Détermination de l'avancement de la réaction de formation du complexe triiodure

Recommencer en remplaçant les 200,0 mL d'eau par 200,0 mL de solution d'iodure de potassium de concentration molaire $1,00 \cdot 10^{-1} \text{ mol.L}^{-1}$ (rincer l'ampoule préalablement avec quelques mL d'alcool à brûler puis avec de l'eau).

Prélever à la pipette 10,00 mL de la solution aqueuse dans un becher. Titrer par la solution de thiosulfate de sodium de concentration molaire $5,00 \cdot 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$ en agitant.

Matériel

Ampoule à décanter 250 mL
Pipettes de 1 mL, 10 mL, 20 mL,
Pipette graduée de 5 mL
Fioles jaugées de 50 mL, 100mL et 200mL
Bechers de 100 mL, 200 mL
Agitateur magnétique et turbulent

Produits

Eau distillée
Empois d'amidon ou thiodène
Cyclohexane
Alcool à brûler
Solution de diode dans le cyclohexane de concentration molaire $4,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$
Iodure de potassium solide
Solution d'iodure de potassium de concentration molaire $1,00 \cdot 10^{-1} \text{ mol.L}^{-1}$
Solution de thiosulfate de sodium de concentration molaire $5,00 \cdot 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$
Acide benzoïque de concentration voisine de $10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$
Solution de soude ($c_b = 2 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$)