

EPREUVE D'EXERCICE D'APPLICATION**Exercice N°5 (40 points)****Enoncé**

On extrait un soluté Z à partir de 5 mL d'une solution aqueuse à 10 mg.L^{-1} par 2 fois 2,5 mL d'heptane.

Les phases heptaniques sont réunies.

Le coefficient de partage (λ) heptane / eau de Z est égal à 4,2.

Questions**QUESTION N° 1 :**

Quel est le rendement de cette double extraction ?

Proposition de réponse

rendement (ρ) = quantité extraite / quantité présente dans la solution initiale

Volume de solution aqueuse $V_A = 5 \text{ mL}$

Volume d'heptane $V_B = 2,5 \text{ mL}$

Coefficient de partage $\lambda = \text{conc. de Z dans l'heptane} / \text{conc. de Z dans la solution aqueuse initiale} = 4,2$

Calcul du rendement :

$$\rho = 1 - 1 / [1 + \lambda (V_B / V_A)]^2 = 1 - 1 / [1 + 4,2 (2,5 / 5)]^2 = 89,6 \%$$

QUESTION N° 2 :

Quelle est la quantité (en μg) de Z extraite ?

Proposition de réponse

$C_0 : 10 \text{ mg/L} = 10 \mu\text{g/mL}$

$V_A = 5 \text{ mL}$

$Q_0 = C_0 \times V_A = 10 \times 5 = 50 \mu\text{g}$

$\rho = \Sigma Q_B / Q_0$ donc $\Sigma Q_B = \rho \times Q_0 = 0,896 \times 50 = 44,8 \mu\text{g}$.

QUESTION N° 3 :

Cette extraction est suivie d'une analyse en chromatographie liquide.

L'heptane est évaporé à sec et le résidu est repris par 500 μL d'acétonitrile (sans aucune perte de produit).

Le chromatogramme obtenu montre la présence d'un seul pic.

a) La présence d'un seul pic chromatographique garantit-elle la pureté de l'extrait ? Expliquer.

b) 20 μL de 3 solutions témoins de Z dans l'acétonitrile respectivement à 50, 100 et 150 $\mu\text{g.mL}^{-1}$ sont injectés.

Les surfaces des pics sont respectivement de 125 UA, 250 UA et 360 UA.

EPREUVE D'EXERCICE D'APPLICATION**Exercice N° 5 (40 points)**

On injecte le même volume de l'*extractum* redissout dans les 500 μL d'acétonitrile.

La surface du pic obtenu est de 223 UA.

Calculer la quantité extraite de Z (en μg) présente dans les 500 μL d'acétonitrile.

c) En comparant ce dernier résultat avec votre réponse à la question n°2, l'hypothèse de l'absence de perte de Z lors de l'évaporation est-elle vérifiée ?

Pour cela, on admet qu'une variation inférieure à 2 % est considérée comme non significative.

Proposition de réponse

a) Non car un seul pic ne signifie pas l'absence de co-élution.

b) La surface d'un pic chromatographique est proportionnelle à la quantité injectée.

La relation est linéaire jusqu'à 250 UA.

En conséquence pour un signal de 223 UA, cela correspondant à une concentration de $(223/250) \times 100 \mu\text{g/mL} = 89,2 \mu\text{g/mL}$.

Soit 44,6 μg extraits de Z pour 500 μL .

c) Pour le calcul de la variation, on prend en compte les valeurs absolues

$(|44,6 - 44,8|) \times 100 / 44,8 = 0,45 \%$ soit $< 2 \%$ de variation.

On peut donc considérer que l'évaporation ne produit pas de perte de Z.