

**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  $10 \text{ mg.L}^{-1}$  par 2 fois 2,5 mL d'heptane.

Les phases heptaniques sont réunies.

Le coefficient de partage ( $\lambda$ ) 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** ( $\rho$ ) = 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  $\mu\text{g}$ ) 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  $\mu\text{L}$  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  $\mu\text{L}$  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  $\mu\text{L}$  d'acétonitrile.

La surface du pic obtenu est de 223 UA.

Calculer la quantité extraite de Z (en  $\mu\text{g}$ ) présente dans les 500  $\mu\text{L}$  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  $\mu\text{g}$  extraits de Z pour 500  $\mu\text{L}$ .

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.