

# Extraction, séparation et identification des espèces chimiques

## استخراج و فصل والكشف عن الأنواع الكيميائية

### Activité 1 : historiques des techniques d'extraction et de séparation

1. Complétez les phrases suivantes à l'aide des mots donnés :

On porte l'ensemble à ébullition ; on immerge ; séparer les constituants ; extraire des parfums ; Presser ; l'eau bouillante

Une espèce chimique peut être extraite par :

- Le pressage** : consiste à ..... les fruits ou les plantes pour en extraire le jus, l'huile . **Exemples : Le jus d'orange , l'huile d'olive....**
  - L'enfleurage** : c'est une technique qui permet d' ..... des fleurs très (comme le jasmin par exemple) fragiles par dissolution dans des graisses
  - La macération** : c'est une technique au cours de laquelle, ..... pendant une longue durée des matières végétales ou animales dans un liquide froid afin d'en extraire les espèces chimiques solubles dans ce liquide, c'est une extraction par solvant. **Exemple : macération des fruits dans l'alcool**
  - L'infusion** : c'est une technique au cours de laquelle, on verse de ..... sur des feuilles ou des fleurs pour libérer leurs arômes. **Exemple : préparation du thé**
  - La décoction** : c'est une technique au cours de laquelle, on immerge les parties les plus dures des plantes : racines , graines , écorce , bois , qui demandent une extraction plus forte que l'infusion , dans de l'eau froide, puis ..... Exemple : **décoction d'écorce de noyer servant à la teinture ; décoction de prêle servant**
  - La filtration** : c'est une technique de séparation, elle permet de ..... d'un mélange solide-liquide , elle est très utilisée pour retirer de grosse particules d'un liquide, mais laisse souvent passer les plus petites
2. Mettez, au-dessous de chaque image, la lettre correspondante



## II. Extraction par solvant : Extraction liquide-liquide

### 1. Définitions :

**Densité d** : La densité d'un corps liquide ou solide est égale au quotient de sa masse volumique par la masse volumique de l'eau, dans les mêmes conditions de température et de pression : .....

**Solubilité S** : La solubilité d'un composé (appelé soluté) est la quantité maximale de ce composé que l'on peut dissoudre ou dissocier, à une température donnée, dans un litre de solvant : .....

**Miscibilité** : Des liquides sont ..... entre eux lorsque leur mélange est hétérogène (il se forme des phases distinctes).

Des liquides sont ..... entre eux lorsque leur mélange est homogène (il se forme une phase unique).

### 2. Principe

- L'extraction par un solvant** : c'est une technique qui permet ..... d'un milieu solide ou liquide par ..... dans un solvant appelé.....
- Exemple : Extraction liquide-liquide** : consiste à extraire une espèce chimique dissoute ..... ( solvant de départ ) à l'aide ..... ( solvant extracteur )
- cette technique s'appuie sur les notions de **densité** , de **solubilité** et de **miscibilité**
- Généralement **le solvant initial est l'eau** , **le solvant extracteur est le solvant organique** ( issu de la chimie du pétrole). Ex : **le pentane , le cyclohexane, le dichlorométhane ...**

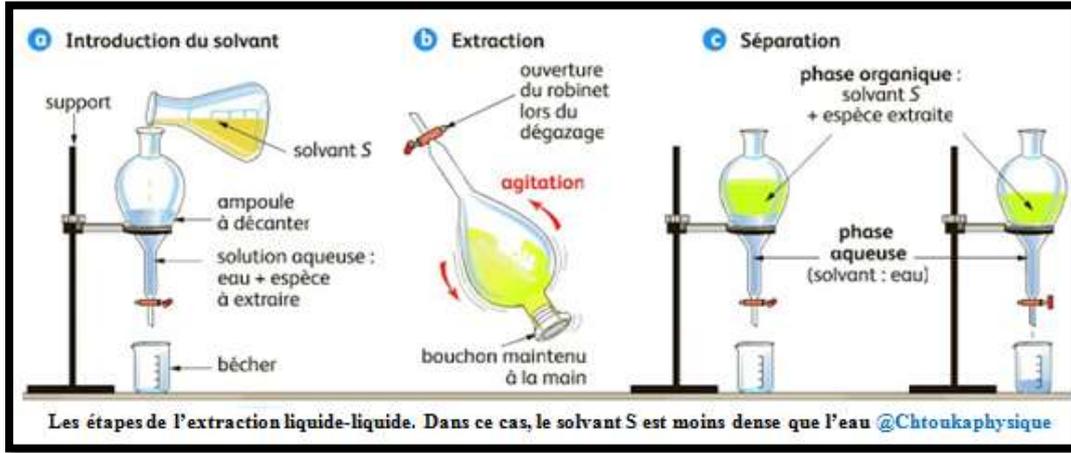
### 3. Choix du solvant

Lors d'une extraction liquide-liquide , le choix du solvant extracteur répond à quatre critères :

- ✓ **L'espèce chimique à extraire** doit être ..... dans **le solvant extracteur** ( **solvant organique** ) que dans **le solvant de départ** ( l'eau )
- ✓ **Le solvant extracteur** ( solvant organique ) doit être ..... **avec le solvant de départ** ( l'eau )
- ✓ **Le solvant extracteur ne doit pas** ..... **avec l'espèce à extraire**
- ✓ **Le solvant extracteur** doit être ..... , c'est-à-dire que **sa température d'ébullition doit être basse** .

### 3. Réalisation et Protocole expérimental

Pour réaliser une extraction liquide-liquide au laboratoire, on utilise .....  
 Après.....puis.....apparaissent qui peuvent être séparées.  
**L'une des phases** est constituée **du solvant extracteur** contenant **l'extrait**, c'est-à-dire .....  
 L'autre est .....  
 Pour déterminer quelle est **la phase surnageante**, on compare .....des deux phases .  
 Dans un mélange de **deux liquides non miscibles**, **le liquide surnageant** est celui qui a .....  
**Voici les étapes de l'extraction liquide-liquide**



#### ❖ Etape 1 : Introduction du solvant

- Fermer le robinet de l'ampoule à décanter et placer un récipient collecteur en dessous (erlenmeyer ou bécher)
- .....

#### ❖ Etape 2 : Extraction

- .....l'ensemble. De temps en temps dégazer en .....et en maintenant l'ampoule à décanter tête en bas. L'espèce à extraire initialement dans le mélange aqueux .....dans le solvant d'extraction S

#### ❖ Etape 3 : séparation

- Replacer l'ampoule à décanter sur .....et retirer ..... Deux phases liquides .....  
 Le solvant qui a ..... est situé sous l'autre solvant. .... la phase la plus dense dans un bécher en ouvrant le robinet, puis en le fermant avant que ..... ne coule. Récupérer..... dans un autre récipient en ouvrant de nouveau le robinet

## III. L'hydrodistillation :

### 1. Principe :

- **L'hydrodistillation** est ..... dont le rôle est ..... **les composés volatiles des produits naturels** avec .....

### 2. Réalisation et Protocole expérimental:

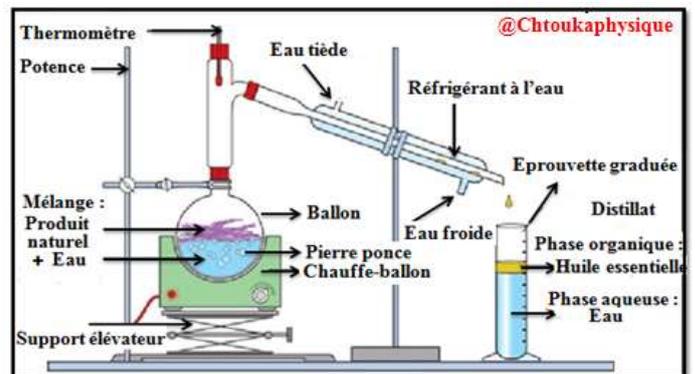
- Au laboratoire, **l'hydrodistillation** s'effectue avec le montage présenté sur le document ci-dessous .

- Lorsqu'on ..... le ballon qui contient ..... ( **des plantes ou des fruits** ), on provoque ..... des cellules renfermant ..... Ces substances odorantes sont assez ..... et peuvent **être entraînées par de la vapeur d'eau**. La vapeur qui se **dégage** ..... dans ..... **afin de la ramener à** ..... **et de récupérer** .....

- Le liquide obtenu, appelé ....., contient .....

- ✓ ..... : **c'est l'huile essentielle** (phase très parfumée contient des arômes )
- ✓ ..... : **l'eau**

Pour récupérer l'huile essentielle, on a recours à .....



## ✚ Activité 2 : Extraction liquide-liquide : Extraction du diiode dans une solution de l'eau iodée

On désire extraire le diiode de l'eau iodée.

La solubilité du diiode dans différents solvants est donnée dans le tableau suivant:

Solvant	eau	alcool	éther	benzène
Solubilité du diiode(g.L <sup>-1</sup> )	0,3	250	250	140
densité	1,0	0,80	0,71	0,88
Température d'ébullition	100°C	78°C	35°C	80°C

On dispose en outre des informations suivantes:

- L'alcool est miscible à l'eau.
- L'éther et le benzène ne sont pas miscibles à l'eau.

1. Quel solvant vaut-il mieux choisir pour extraire le diiode de l'eau iodée? Justifier la réponse.
2. Décrire le protocole expérimental de cette extraction en faisant un schéma (verrerie à utiliser)
3. On verse  $m = 400\text{g}$  de diiode solide dans un volume  $V=0.5\text{L}$  d'alcool, quelle masse  $m'$  de diiode reste sous forme solide? Pourquoi?

## ✚ Activité 3 : Extraction de l'huile essentielle de la lavande

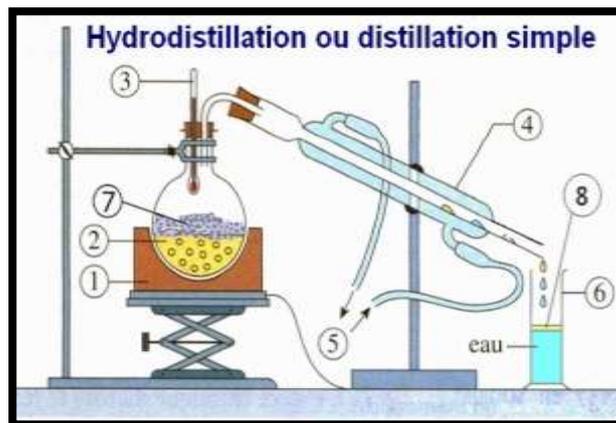
Pour extraire l'huile essentielle de la lavande, on utilise le montage d'hydrodistillation donné ci-contre

- Peser 50g de fleurs de lavande et les introduire dans le ballon 500 ml
- Ajouter 100 mL d'eau distillée à l'aide d'une éprouvette graduée et quelques grains de pierre ponce afin d'homogénéiser la température dans le mélange.
- Réaliser le montage d'hydrodistillation puis mettre en route la circulation d'eau dans le réfrigérant.
- Porter le mélange à ébullition.
- Arrêter le chauffage après obtention d'environ 50 ou 60 mL de distillat dans l'éprouvette

### ❖ Exploitation :

1. nommer les différentes parties du montage
2. préciser le rôle de la pierre ponce et du réfrigérant
3. pourquoi chauffe-t-on le mélange ?
4. quel est l'aspect du distillat obtenu ?
5. L'exaction n'est pas totale, que faudrait-il faire pour améliorer l'extraction et comment procéder ?

Le distillat obtenu ne permet pas la récupération de l'huile essentielle par simple décantation. Nous allons extraire cette huile essentielle à l'aide d'un solvant organique: le cyclohexane par exemple



**Le relargage :** Ajouter 3 g de sel (chlorure de sodium NaCl) au distillat. Agiter avec une tige de verre pour bien dissoudre le sel dans l'eau.

**Extraction :** Réaliser l'extraction au cyclohexane dans l'ampoule à décanter (utiliser environ 15 mL ce cyclohexane). et récupérer la phase organique dans un bécher.

**Filtration :** Après l'extraction, la solution d'huile essentielle dans le cyclohexane peut contenir un peu d'eau. On la sèche avec du carbonate de potassium anhydre. On filtre ensuite pour enlever le desséchant, puis on recueille le filtrat dans un flacon propre et sec..

### Table de données

	Eau salée	Cyclohexane	Huile essentielle de lavande
Densité	1,1	0,78	0,89
Solubilité dans l'eau salée		Nulle	Faible
Solubilité dans le cyclohexane	Nulle		importante

A partir des données du tableau, justifier l'addition du chlorure de sodium dans l'eau et l'emploi du cyclohexane comme solvant extracteur

6. Dans l'ampoule à décanter, indiquer la nature des deux phases
7. Quelle phase faut-il recueillir ? justifier
8. Quel est le rôle du carbonate de potassium anhydre ?

## IV. La chromatographie :

### 1. Définition

La chromatographie est une méthode physique de..... et ..... des constituants d'un mélange.

Il existe différentes techniques de chromatographie. On se limitera à l'étude de ..... ou sur .....(CCM).

## 2. Principe

Pour réaliser une chromatographie sur ....., on utilise :

- ✓ Un solvant ou un mélange de solvants appelé ..... ou .....
- ✓ Un support solide fixe, appelé .....

la phase fixe est ..... ou , pour CCM, ..... recouverte d'une fine .....

### ❖ Voici les éléments d'une CCM

- ..... : un récipient en verre de forme variable, fermé par un couvercle étanche ; dans lequel on place un éluant
- ..... : gel de silice sur un support d'aluminium ou de plastique ( phase fixe )
- ..... : un solvant pur ou un mélange ( phase mobile )
- .....

### ❖ Principe

..... est placé au fond d'une cuve à chromatographie. puis on dépose sur ..... une goutte de la solution. La phase fixe est mise à tremper dans l'éluant. Au cours de ....., l'éluant , grâce au phénomène....., monte à la surface de la plaque. On dit qu'il ..... Il ..... avec lui les différents .....du mélange.

Le résultat d'une chromatographie est ..... sur celui-ci, on observe des taches à des hauteurs différentes par rapport à la ligne de dépôt. Ce sont les différents constituants du mélange. Ils sont séparés.

- Les différentes espèces chimiques constituant le mélange.....
- Plus une espèce chimique est ..... dans l'éluant, plus elle est entraînée rapidement, donc plus elle migrera haut. Inversement, une espèce chimique peu soluble migrera peu.
- Le choix de l'éluant est donc important

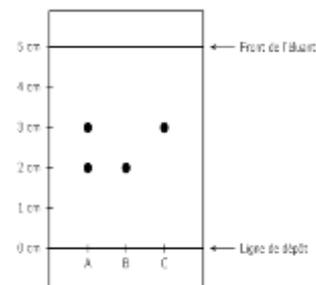
## 3. Réalisation et protocole expérimental

La CCM se déroule en quatre étapes : **préparation de la cuve, préparation de la plaque, élution et révélation**

Préparation de la cuve	Préparation de la plaque	Elution	Révélation
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Placer l'éluant au fond d'une cuve à chromatographie</li> <li>- Fermer la cuve à l'aide d'un couvercle afin d'éviter l'évaporation du solvant</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- découper une plaque chromatographique aux dimensions raisonnables</li> <li>- Tracer au crayon à papier un trait à 1 cm du bas de la plaque.</li> <li>- Sur ce trait marquer les petits points régulièrement espacés où seront déposés les taches.</li> <li>- Déposer à l'aide d'une micropipette (ou pipette Pasteur) les solutions sur chaque point.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Introduire la plaque verticalement dans la cuve en veillant à ce que le niveau de départ du solvant soit inférieur à la ligne des dépôts</li> <li>- Mettre en place le couvercle</li> <li>- Laisser migrer le solvant le plus haut possible</li> <li>- Arrêter la CCM lorsque le front d'éluant est arrivé à 1 cm du haut de la plaque</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Sortir le chromatogramme de la cuve. Le placer horizontalement</li> <li>- Tracer immédiatement la ligne correspondant au front du solvant avec la pointe du crayon</li> <li>- Sécher le chromatogramme au sèche-cheveux</li> <li>- Entourer au crayon les différents spots obtenus</li> <li>• Si les taches sont invisibles (incolores) on utilise les méthodes de révélation suivantes :</li> <li>❖ <b>Révélation aux vapeurs de diiode :</b></li> <li>- on place la phase fixe dans un flacon rempli de vapeurs de diiode, Les taches apparaissent</li> <li>❖ <b>Révélation au permanganate</b></li> <li>- on plonge la phase fixe dans une cuve remplie d'une solution de permanganate de potassium</li> <li>❖ <b>Révélation aux ultraviolets</b></li> <li>- on place la phase fixe sous une lampe à UV. Les différentes taches correspondant aux constituants du mélange apparaissent. En l'absence de rayonnement, on ne voit rien</li> </ul>

## 4. Exploitation de chromatogramme : Rapport frontal

R <sub>f</sub> Rapport frontal	Exemple :
<p><b>Le rapport frontal R<sub>f</sub></b> d'une espèce chimique, dans un éluant donné, est défini par .....</p> <p>avec</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- <math>h_{\text{espèce}}</math> : hauteur atteinte par l'espèce étudiée</li> <li>- <math>H_{\text{éluant}}</math> : hauteur atteinte par l'éluant</li> </ul>	<p>La figure ci-contre représente un chromatogramme.</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Calculer le rapport frontal des espèces chimiques B et C</li> <li>2. Que constatez-vous ?</li> </ol> <p>❖ <b>Interprétation :</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. ....</li> <li>2. ....</li> </ol>



### ❖ Exploitation de chromatogramme :

- Si le corps étudié ne présente qu'une tache après révélation on peut affirmer qu'il est .....
- En comparant les rapports frontaux des taches laissées par l'échantillon étudié aux rapports frontaux des taches laissées par les corps de référence (authentiques), il est possible .....

### ❖ Exercice d'application : Extraction du cinéol.

Le cinéol, ou eucalyptol, peut être extrait de certains végétaux, notamment des feuilles d'eucalyptus. Cette espèce chimique est utilisée dans certaines spécialités pharmaceutiques, par exemple pour le traitement des infections des voies respiratoires. Pour extraire le cinéol, des feuilles d'eucalyptus broyées sont introduites dans un chaudron avec de l'eau distillée. Le mélange est chauffé à ébullition durant un quart d'heure. Une fois refroidi à température ambiante, le mélange est filtré. Le filtrat contient de l'eau et une huile essentielle d'eucalyptus. Celle-ci est essentiellement constituée de cinéol et en a les caractéristiques physiques.

#### Données :

• Caractéristiques physiques du cinéol : température de fusion : 2 °C, température d'ébullition : 176 °C, densité :  $d = 0,92$ ,

Solubilités : peu soluble dans l'eau, soluble dans l'éthanol, soluble dans le cyclohexane.

.Le cyclohexane n'est pas miscible à l'eau contrairement à l'éthanol.

• Masse volumique de l'eau :  $\rho_{\text{eau}} : 1,00 \text{ g.cm}^{-3}$ . (Réponses à justifier)

1. a. D'après les données, le filtrat obtenu est-il un mélange homogène ou hétérogène ?

b. Ou se trouve le cinéol après décantation du filtrat ?

c. Quel est alors l'état physique du cinéol ?

2. a. Déterminer le volume d'huile essentielle obtenu si sa masse est  $m = 20 \text{ g}$ .

b. On veut récupérer le peu de cinéol présent dans l'eau à l'aide d'une extraction par solvant. Indiquer le solvant à utiliser et justifier ce choix, puis faire le schéma à la fin de l'expérience avec le matériel adéquat. Ce schéma sera légendé.

## V. Caractéristiques physiques et chimiques d'espèces chimiques

### 1. Définition

Toute espèce chimique possède ..... dont les valeurs lui sont propres.

Les caractéristiques physiques et chimiques constituent la carte d'identité de l'espèce chimique. Elles permettent de .....

### 2. Exemples

#### 2.1 Températures de changement d'état

La matière existe sous trois ..... :

Le changement d'état d'un corps pur est la transformation physique correspondant au passage .....

#### ❖ Température de fusion :

La température de fusion d'une espèce chimique solide est la température à laquelle .....

Ex : la température de fusion de l'acide benzoïque est  $T_f = 122^\circ\text{C}$ .

#### ❖ Température d'ébullition :

La température d'ébullition d'une espèce chimique liquide est .....

Cette température dépend de la pression

Ex : la température d'ébullition de l'eau à la pression atmosphérique est  $T_{\text{eb}} = 100^\circ\text{C}$

#### 2.2 Densité

La **densité** d'un corps est le rapport de sa masse volumique à la masse volumique d'un corps pris comme référence  $\rho_0$  : .....

**Pour les objets solides ou les liquides** : le corps de référence est l'eau avec : donc .....

#### 2.3 Solubilité

on appelle **solubilité** d'une espèce chimique ..... de cette espèce chimique que l'on peut ..... dans un litre de solvant . la solubilité dépend de la température .

La solubilité s'exprime en .....

L'espèce que l'on dissout s'appelle ..... lorsque la solution n'accepte plus de dissoudre de soluté on dit qu'elle est .....

Plus la solubilité est ....., plus on peut ..... de soluté dans le solvant.