

## Leçon N°4 : Extraction, séparation, et identification d'espèces chimiques

### I. Introduction :

#### Situation problème

Depuis l'antiquité les hommes extraient des substances végétales ou animales : des médicaments, des parfumes, des huiles, ...

- ➔ Qu'est ce qu'une extraction ?
- ➔ Comment nous pouvons extraire une espèce chimique d'un produit ?
- ➔ Quelles sont les différentes techniques d'extraction et d'identification ?

Dès l'Antiquité, l'homme a pu utiliser différentes techniques pour extraire certaines espèces chimiques de produits naturels. Parmi ces techniques, nous mentionnons :

**Pressage** : Cette opération consiste à « faire sortir » un produit en exerçant une pression.  
*Ex* : huile d'olive



**L'enfleurage** : les fleurs sont placées sur une substance grasse (graisse animale, par exemple) dans un bain, et sont changées tous les jours jusqu'à l'obtention d'une graisse saturée du parfum de ces fleurs, puis lavée à l'éthanol (alcool). Quand cet alcool est vaporisé, on obtient un **parfum pur**



## II - Techniques d'extraction

### 1. Définition

**L'extraction** est une opération qui permet d'extraire et de séparer une ou plusieurs espèces chimiques d'une substance ou d'un produit particulier

### 2. Extraction par solvant

#### a. Principe d'extraction par solvant

L'extraction par un solvant consiste à dissoudre l'espèce chimique à extraire dans un solvant approprié, de sorte que ce dernier passe dans le solvant en formant deux phases :



- ✓ **Une phase organique** : contenant l'espèce chimique à extraire + le solvant
- ✓ **Une phase aqueuse**

### Remarque :

- Le solvant est tout corps (solide, liquide, ou gaz) soluble dans le soluté.
- Deux liquides sont **totalelement miscibles**, s'ils forment une seule phase homogène après les avoir mélangés, et **non miscibles** s'ils forment deux phases séparées.

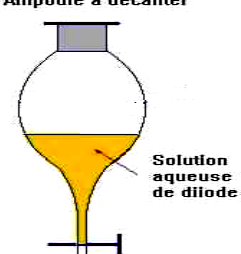
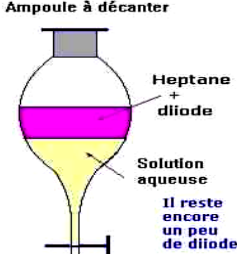
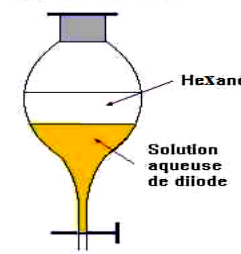
#### b. Choix de solvant

Le solvant doit être choisi, en respectant les conditions suivantes:

- l'espèce chimique à extraire est plus soluble dans le solvant
- le solvant doit être volatil c-à-d facile à évaporer (sa température d'évaporation est très petite)
- le solvant doit être de densité connue, pour déterminer la position de la phase organique
- le solvant doit être non miscible avec l'eau

#### c. Etapes d'extraction par solvant (décantation)

➡ On veut extraire le diiode présent dans une solution aqueuse d'iodure de potassium et de diiode

<p>Introduire le mélange (la solution aqueuse) dans l'ampoule à décanter</p> 	<p>Agiter, dégazer, et laisser décanter</p>	<p>On observe alors deux phases. Sachant que <math>d_{\text{hexane}} &lt; d_{\text{eau}}</math> : la phase supérieure contient le diiode (phase organique)</p> 
<p>Puis ajouter le solvant (hexane ou pentane : solvant organique moins dense que la solution aqueuse et non miscible)</p>  <p>Avant agitation</p>		<p>On récupère la phase contenant le diiode et le solvant. Après évaporation du solvant, on recueille le diiode</p>

### 3. Hydrodistillation

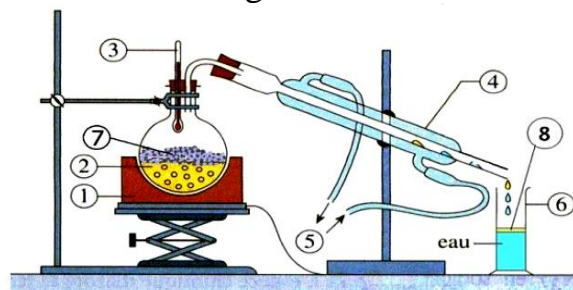
#### a. Principe de la technique

L'hydrodistillation est une méthode d'extraction consiste à faire bouillir un mélange d'eau et le produit naturel contenant l'espèce chimique à extraire dans un ballon, de sorte que la vapeur qui monte soit condensée pendant l'ébullition, et refroidie par un réfrigérant à eau, afin d'obtenir un distillat contenant l'espèce chimique à extraire

#### b. Activité : extraction d'huile essentielle des fleurs de lavande

**Etape 1 :** Dans le ballon, on introduit 10 g de fleurs de lavande, et on ajoute 100 mL d'eau distillée et quelques grains de pierre ponce (son rôle est de normaliser la température du mélange). On chauffe à ébullition pendant environ 30 mn jusqu'à obtenir environ 70 mL de distillat.

1. Donner les noms correspondant aux nombres représentés dans la figure
2. Où se trouve le parfum de lavande ?
3. Quel est le rôle du réfrigérant à eau ?
4. Combien de phase, le distillat est composé ?
5. Donner la nature de la phase organique ?



**Etape 2 :** On ajoute 3g de sel (*chlorure de sodium*  $\text{NaCl}$ ) au distillat pour réduire la solubilité de la phase organique dans l'eau, cet opération est appelé **relargage**, puis on verse la phase organique dans l'ampoule à décanter et on ajoute le cyclohexane pour faire la **décantation**

Solvant	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

1. Justifier en utilisant le tableau, l'ajout de sel et l'utilisation du cyclohexane
2. Déterminer le type de la technique d'extraction qu'on a fait lors de l'utilisation de cyclohexane
3. Déterminer, en justifiant votre réponse, la phase supérieure dans l'ampoule à décanter

**Etape 3 :** Après l'extraction de la phase organique, on l'ajoute le *sulfate de magnésium anhydre*  $\text{MgSO}_4$  pour la sécher du reste de l'eau, on filtre ensuite la phase organique pour enlever le desséchant, puis on évapore le cyclohexane afin d'obtenir l'huile essentielle de lavande

1. Pourquoi on fait la filtration de la phase organique après l'ajout de  $\text{MgSO}_4$  ?
2. Comment on peut séparer l'huile essentielle de lavande du cyclohexane ?

### Exercice d'application I

L'estragol est un composé organique aromatique présente dans les feuilles d'estragon, il est utilisé en parfumerie comme arôme alimentaire.

Il peut être extraire par l'hydrodistillation suivi par une simple extraction par solvant.

On donne le tableau suivant :

Solvant	Cyclohexane	Dichlorométhane	Éthanol
Densité	0,78	1,33	0,79
Miscibilité avec l'eau	Non	Non	Oui
Solubilité de l'huile	Grande	Grande	Grande

1. Décrire en bref comment peut-on extraire l'huile d'estragon par l'hydrodistillation ?

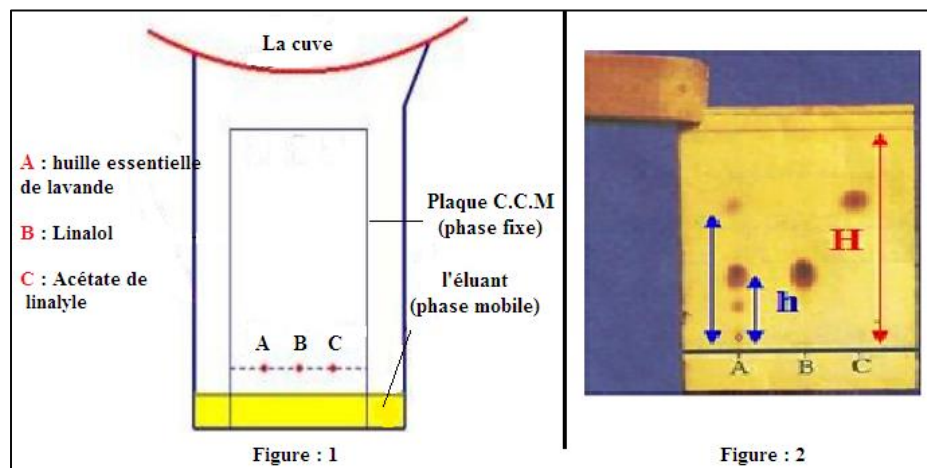
2. Quel solvant vaut-il mieux choisir pour extraire l'huile d'estragon du distillat obtenu par l'hydrodistillation ? Justifier la réponse.
3. Décrire en bref le protocole expérimental de cette extraction par solvant utilisée.

### III - Techniques de séparation et d'identification d'espèces chimiques

#### 1. Activité 2 : Chromatographie sur Couche Mince (C.C.M)

Après l'extraction d'huile essentielle de lavande, on veut vérifier qu'il constitue de **acétate de linalyle** et de **linalol**, donc on utilise la chromatographie sur couche mince (C.C.M)

- On prend une plaque mince, et on trace au crayon un trait appelé **ligne de dépôt** à 1 cm du bas de la plaque, et on met sur ce ligne une goutte d'huile essentielle, ensuite on met une goutte d'acétate de linalyle et de linalol
- On Place la plaque dans une cuve contenant le solvant (l'éluant) *dichlorométhane*  $CH_2Cl_2$  de telle façon que les trois gouttes A, B, et C ne soient pas immergées dans l'éluant (Figure 1)
- L'éluant migre le long de la plaque en entraînant les constituants des gouttes qui se déplacent à des vitesses différentes vers le haut de la plaque
- Lorsqu'on place dans un flacon la plaque et quelques cristaux de *diode*  $I_2$ , on constate l'apparition de taches colorées sur la plaque, et donc on obtient ce qu'on appelle le **chromatogramme** (Figure 2). Chaque tache correspondante à une espèce chimique



1. Au cours de la chromatographie, on observe deux phases (phase fixe, et phase mobile). Les indiquer
2. Quel est le rôle de *diode*  $I_2$  dans la chromatographie ?
3. Combien d'espèces chimiques l'huile essentielle de lavande contient-elle ?
4. Peut-on identifier les constituants d'huile essentielle de lavande ?

## 2. Conclusion

- ✚ La chromatographie sur couche mince (C.C.M) est une technique de séparation et d'identification d'espèces chimiques présentes dans un mélange à l'égard de deux phases:
- l'une fixe appelée **phase stationnaire**, couche de gel de silice déposée sur une plaque d'aluminium ou plastique
  - l'autre mobile appelée **phase mobile** ou **éluant** : C'est le solvant dans lequel les constituants du mélange sont plus ou moins solubles. L'éluant migre le long de la phase fixe, et entraîne les constituants du mélange qui se déplacent à des vitesses différentes. On peut ainsi les séparer.

**Remarque :** Plus l'espèce chimique est très soluble dans l'éluant, plus elle migre beaucoup vers le haut.

- ✚ Dans le cas de taches colorées, le chromatogramme est directement exploitable. Dans le cas de taches incolores, il est nécessaire de faire apparaître les tâches, ce procédé est appelé **révélation**. On peut pour cela utiliser *une lampe à ultraviolet (révélation UV)* ou *diode I<sub>2</sub>* (**révélation par I<sub>2</sub>**)

- ✚ Pour identifier une espèce d'un mélange, on calcule son rapport frontal :  $R_f = \frac{h}{H}$

**h** : la distance parcourue par l'espèce étudiée

**H** : la distance parcourue par l'éluant (la distance entre la ligne de dépôt et le front du solvant)

**Remarque :** deux taches ont le même rapport frontal correspond à la même espèce chimique

### Exercice d'application 2

Après l'extraction de l'huile essentielle d'estragon par l'hydrodistillation, on veut vérifier qu'il contient l'estragol, donc on utilise la C.C.M

Sur une plaque mince, on effectue le dépôt de 3 solutions : **l'huile essentielle d'estragon obtenu par l'hydrodistillation (H)**, **l'estragol pur (E)**, et **l'essence commerciale d'estragon (C)**. La plaque est révélée par une lampe émettant des radiations ultraviolettes.

On obtient le chromatogramme ci-contre.

1. L'huile essentielle d'estragon (H) est-elle pure ?
2. Citer une autre méthode pour révéler un chromatogramme.
3. Calculer le rapport frontal du dépôt (E).
4. L'huile essentielle d'estragon (H) contient-elle l'estragol ?

