|  |
| --- |
| Extraction , séparation et identification d’espèces chimiques |

A- Introduction

|  |
| --- |
| Dès l’Antiquité, l’homme se servait de substances odorantes pour sa nourriture, embaumer ses morts, se soigner ou même se parfumer. Plusieurs techniques étaient utilisées : |
| **L’enfleurage** : est utilisé avec des pétales de fleurs moyennement fragiles (rose, par exemple) qui sont plongées dans un bain de graisse animale qui est chauffée à plusieurs reprises. Lorsque les fleurs ont livré toute leur essence, elles sont enlevées et remplacées par d’autres, et ce, jusqu’à l’obtention d’une graisse saturée. On obtient, ainsi, une « pommade » d’enfleurage qui pourra être utilisée comme parfum solide.L’enfleurage à froid est utilisé avec des pétales de fleurs fragiles (jasmin, par exemple). Le principe est identique, mais les pétales sont disposés sur une plaque de graisse froide. Cette méthode n’est pratiquement plus utilisée aujourd’hui car trop coûteuse |
| SansPressage : Cette opération consiste à « faire sortir » un produit en exerçant une pression. Les Égyptiens écrasaient des fleurs pour extraire des arômes ou des parfums ; c’est aussi l’opération effectuée lorsqu’on se prépare l’huile d’olive |

B- Extraction par solvant organique

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1-  Definition.**- L’extraction d’espèces chimiques à l’aide d’un solvant s’appuie sur les notions de densité, de solubilité  et de miscibilité.**2- L’extraction liquide/liquide.- Lors d’une extraction liquide/liquide :- L’espèce chimique à extraire est plus soluble dans le solvant extracteur que dans le solvant de départ.- Et le solvant extracteur et le solvant de départ sont non miscibles.Pour extraire une espèce dissoute dans un solvant S1, on utilise un autre solvant S2, non miscible avec S1, dans lequel l’espèce chimique est nettement plus soluble.- L’extraction par un solvant consiste à dissoudre l’espèce chimique recherchée dans un solvant non miscible avec l’eau et à séparer les deux phases obtenues.- L’extraction par un solvant se réalise dans une ampoule à décanter.- Le choix du solvant dépend de l’espèce chimique recherchée.- L’espèce chimique doit être plus soluble dans le solvant que dans l’eau.3- Etapes extraction par solvant

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  | On observe alors deux phasesSachant que dhexane<deaula phase supérieure contient le diiode :phase organique | Agiter, dégazer. etlaisser décanter  |  | Introduire le mélange (solution aqueuse d’iodure de potassium et de diiode) dans l’ampoule à décanter |
| On récupère la phase contenant le diiode et le solvant. Après évaporation du solvant, on recueille le diiode (solide) |  | Puis ajouter délicatement le solvant (hexane ou pentane : solvant organique : liquide incolore moins dense que la solution aqueuse et non miscible) |

 |

C- Hydrodistilation

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1- DefinitionL’hydrodistillation est une méthode d’extraction dont le rôle est d’entraîner les composés volatiles des produits naturels avec la vapeur d’eau. Ce procédé est aussi appelé « entraînement à la vapeur ».2- Schéma du montage :3- L’extraction des arômes de la lavandeDans le ballon on introduit 10 g de fleurs de lavande et on ajoute 100 mL d’eau distillée. On chauffe à ébullition pendant environ 30mn jusqu’à obtenir environ 70 mL de distillat.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.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 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. | Après l’extraction, la solution d’huile essentielle dans le cyclohexane peut contenir un peu d'eau. On la sèchera avec du sulfate de magnésium anhydre. On filtre ensuite pour enlever le desséchant, puis on recueille le filtrat dans un flacon propre et sec.. |

Table donnes

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 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 |

 |

D- Identification, séparation des espèces chimique : C.C.M

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1-Principe de chromatographie sur couche mince (C.C.M)La chromatographie est un procédé de séparation et d’identification d’espèces chimiques présentes dans un mélange par différence d’affinité 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 grâce au phénomène de capillarité. Il entraîne les constituants du mélange qui se déplacent à des vitesses différentes. On peut ainsi les séparer.2. Réalisation d'une CCM.La CCM se déroule en trois étapes : préparation de la cuve, préparation de la plaque, et élution.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Préparation de la cuve | Préparation de la plaque | Elution | Révélation |
| Un cuve de chromatographie se compose de la cuve et d'un couvercle En placer l'éluant la cuve puis fermer le couvercle | - Tracer au crayon un trait à 1 cm du bas de la plaque.- Sur ce trait tracer les petits points à 1 cm de distance où seront déposés les taches.- Déposer à l'aide d'une micropipette (ou pipette Pasteur) les solutions sur chaque point. | Placer la plaque dans la cuve, fermer et laisser l'éluant diffuser.Arrêter la CCM lorsque le front d'éluant est arrivé à 1 cm du haut de la plaque Sortir la plaque et tracer au crayon le front de l'éluant puis sécher la plaque. | - Révélation UVPlacer la plaque sous une lampe UV et entourer les taches colorés.- Révélation à l'iodeDans un flacon, placer la plaque et quelques cristaux d'iodes, puis boucher. Les taches apparaissent. |

3-Exploitation de Chromatograme

|  |  |
| --- | --- |
| Rf  Rapport frontal | exemple |
| Le rapport frontal Rf d’une espèce chimique, dans un éluant donné, est défini par  Rf= hespèce / Héluantavec - hespèce: hauteur atteinte par l’espèce étudiée - Héluant : hauteur atteinte par l’éluant |  |

Si le corps étudié ne présente qu'une tache après révélation on peut affirmer qu'il est pur.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 de déterminer la composition de l'échantillon. |

E- Caractéristiques physiques d’une espèce chimique

|  |
| --- |
| Une espèce chimique possède des caractéristiques physiques qui lui sont propres : température de changement d’état, densité, indice de réfraction, solubilité, « couleur ».1-Températures de changement d’état.La température d’ébullition est la température à laquelle s’effectue le passage de l’état liquide à l’état gazeux d’une espèce.La température de fusion est la température à laquelle s’effectue le passage de l’état solide à l’état liquide d’une espèce.2-DensitéLa densité d’une substance par rapport à l’eau est la rapport de la masse d’un certain volume de substance par la masse du même volume d’eau. d = msubs./meau.C’est une grandeur sans unité.3-L’indice de réfractionOn le détermine grâce à un réfractomètre. Cette grandeur est utilisée en particulier pour analyser les sucres.4-La solubilitéElle exprime la masse d’une substance que l’on peut dissoudre dans un solvant donné.Elle s’exprime en général en g/L . |