

# ***Physique-Chimie***

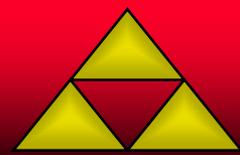
***Module No 02***

***Techniques d'extraction  
et de séparation d'espèces chimiques***



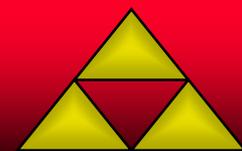
- Comment extraire ou séparer des espèces chimiques ?
- Techniques d'extraction
- Techniques de séparation
- Techniques d'identification



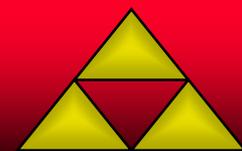


- Extraction
  - Extraction par solvant
  - Extraction par hydrodistillation ou entraînement à la vapeur
- Séparation
  - Masse volumique et densité
  - Séparation par décantation
  - Séparation par filtration
  - Séparation par distillation
- Identification
  - Identification par chromatographie

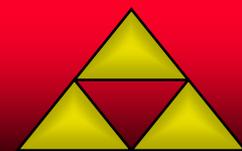




- L'extraction par solvant consiste à extraire une ou plusieurs espèces chimiques d'un solvant en utilisant un solvant dans lequel il est plus soluble.
- Une espèce chimique ionique est plus soluble dans l'eau que dans un solvant organique.
- Une espèce chimique organique ou moléculaire est plus soluble dans un solvant organique que dans l'eau.

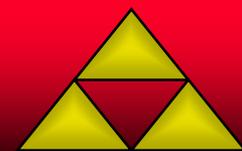


- L'extraction par solvant consiste à dissoudre le composé recherché dans un solvant non miscible avec l'eau et à séparer la phase organique contenant le composé à extraire de la phase aqueuse.
- Cette technique fait intervenir trois étapes.
  - **La mise en contact du solvant avec la substance contenant le composé à extraire.** Elle peut se faire directement dans un réacteur adapté (bécher, erlenmeyer, ballon etc...) ou en faisant intervenir d'abord l'eau. On fait alors agir le solvant sur une décoction, une infusion ou une macération.
  - **La décantation.** Il s'agit de l'opération réalisée à l'aide de l'ampoule à décanter. En fonction de la nature du solvant utilisé et en particulier de sa densité par rapport à celle de l'eau (1,00), la phase organique à récupérer se situera au dessus ou en dessous.
  - **Le séchage et la filtration,** complétée éventuellement par une **identification.**

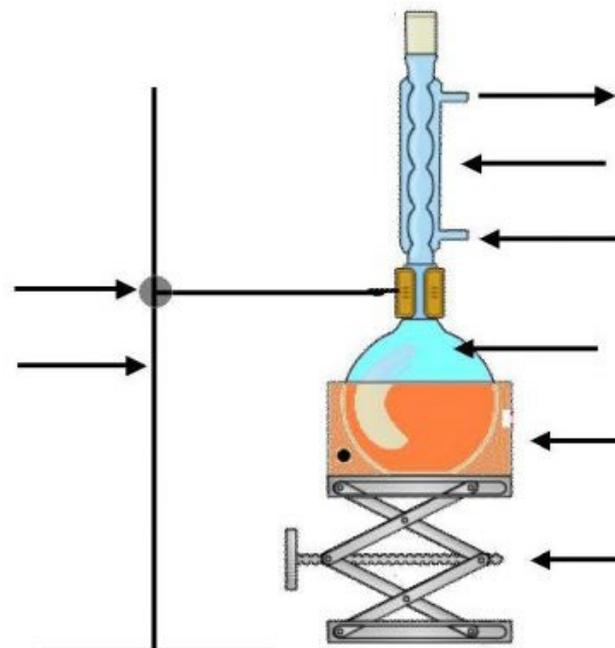


- **Etat physique du solvant** : Le solvant doit être liquide à la température et à la pression où l'on réalise l'extraction.
- **Miscibilité du solvant** : Le solvant doit être non miscible à la phase qui contient initialement le composé à extraire.
- **Solubilité** : Le composé à extraire doit être très soluble dans le solvant. C'est-à-dire, beaucoup plus soluble dans le solvant que dans le milieu où il se trouve initialement (milieu aqueux en général).
- **Densité du solvant** : Il est nécessaire de connaître ce paramètre car c'est lui qui détermine si la phase organique, contenant le composé à extraire, se trouve au dessus ou en dessous de la phase aqueuse (à éliminer) dans l'ampoule à décantier.

# Exemple : Extraction par solvant de la caféine



- **Etape n°1 : Mise en contact du solvant avec la substance contenant le composé à extraire**
- Etape 1.1. Dans un ballon équipé d'un réfrigérant, on introduit 28g de thé , 12g de carbonate de calcium et 300mL d'eau
- On agite et on chauffe à reflux pendant 2h .
- Quel est le solvant utilisé pendant le chauffage a reflux ?
- Légender le schéma du montage à reflux.

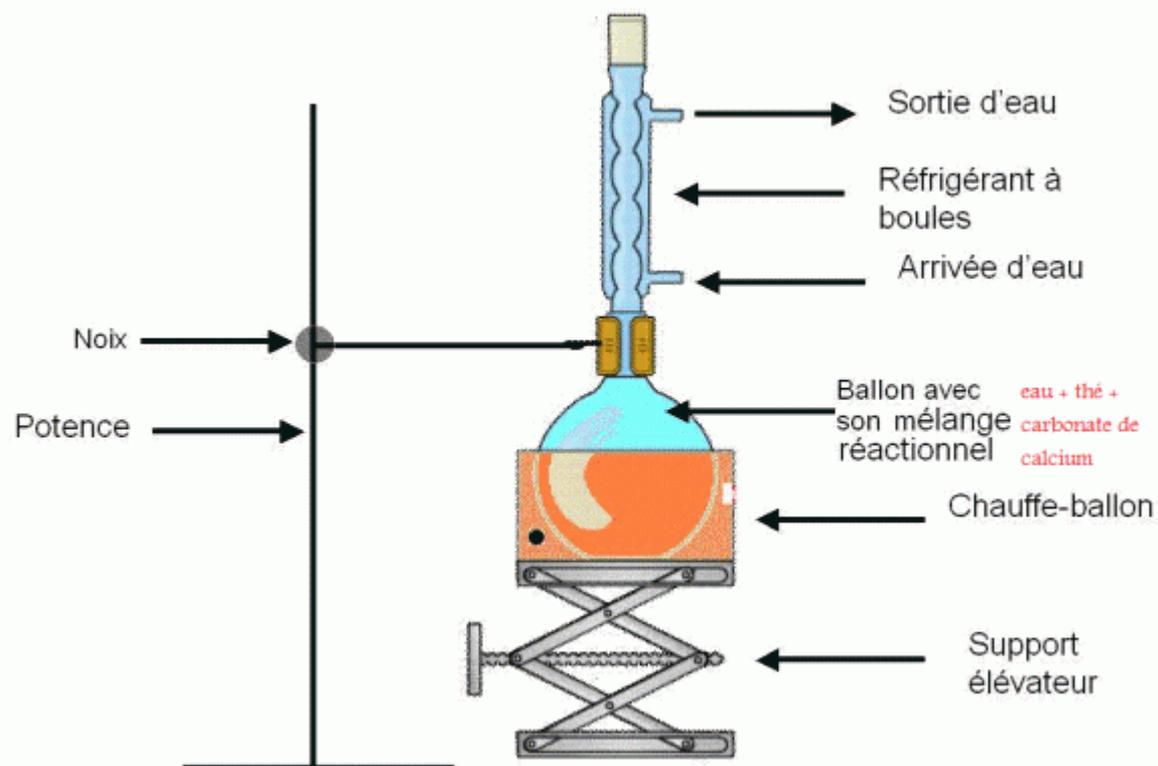


# Exemple : Extraction par solvant de la caféine

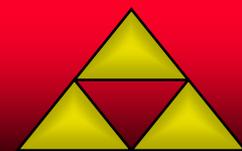


- Quel est le solvant utilisé pendant le chauffage à reflux ?
- Légender le schéma du montage à reflux.

- Le solvant utilisé est l'eau



# Exemple : Extraction par solvant de la caféine

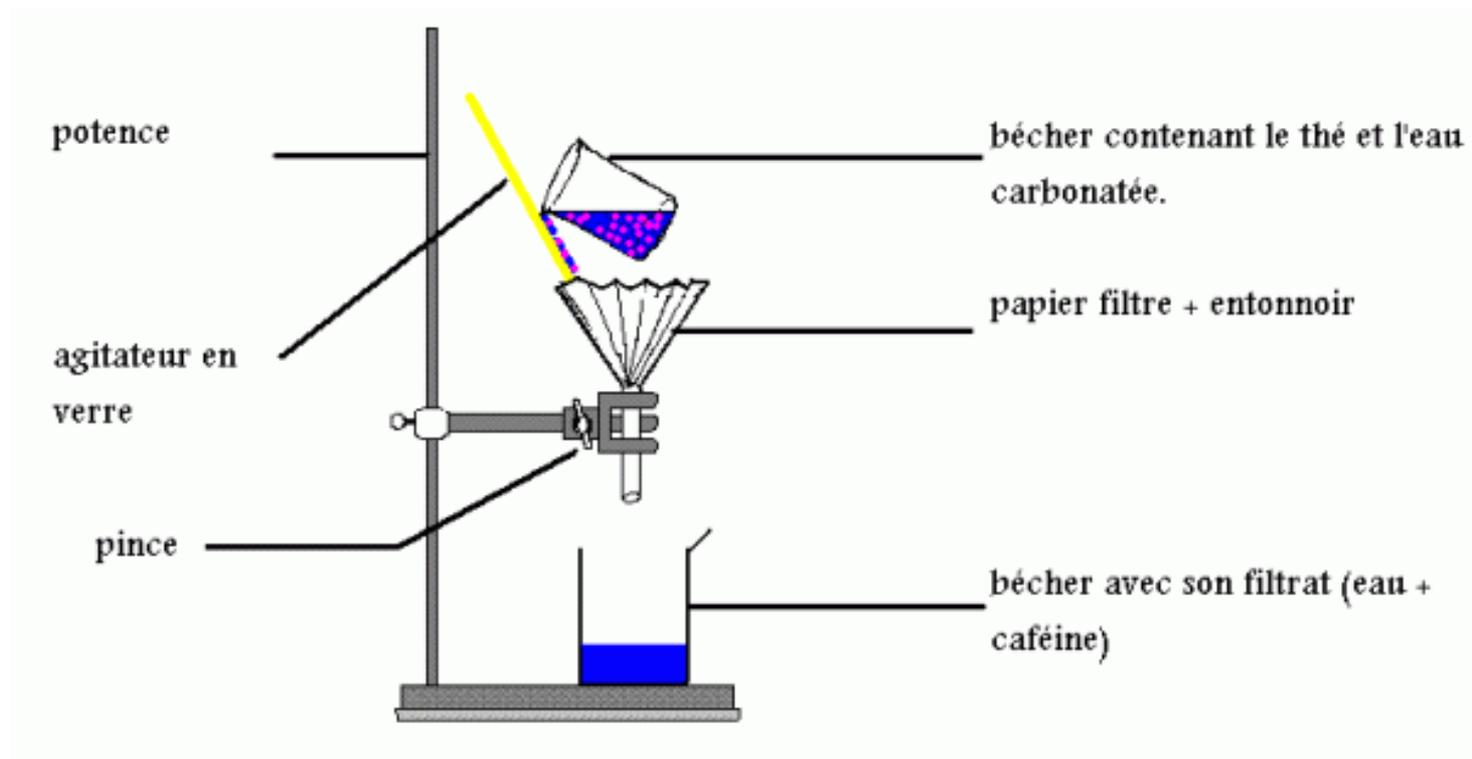


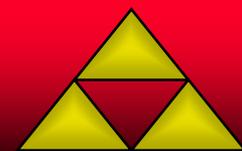
- Etape n°1.2 : On refroidit le contenu du ballon , on filtre.
- Décrire le matériel nécessaire à la filtration (faire un schéma avec légende)
- On ajoute un nouveau solvant : deux fois 50 mL de dichlorométhane .
- Le dichlorométhane est un meilleur solvant que l'eau pour la caféine.

# Exemple : Extraction par solvant de la caféine



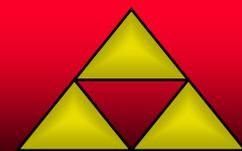
- Etape n°1.2 : On refroidit le contenu du ballon , on filtre
- Décrire le matériel nécessaire à la filtration (faire un schéma avec légende)



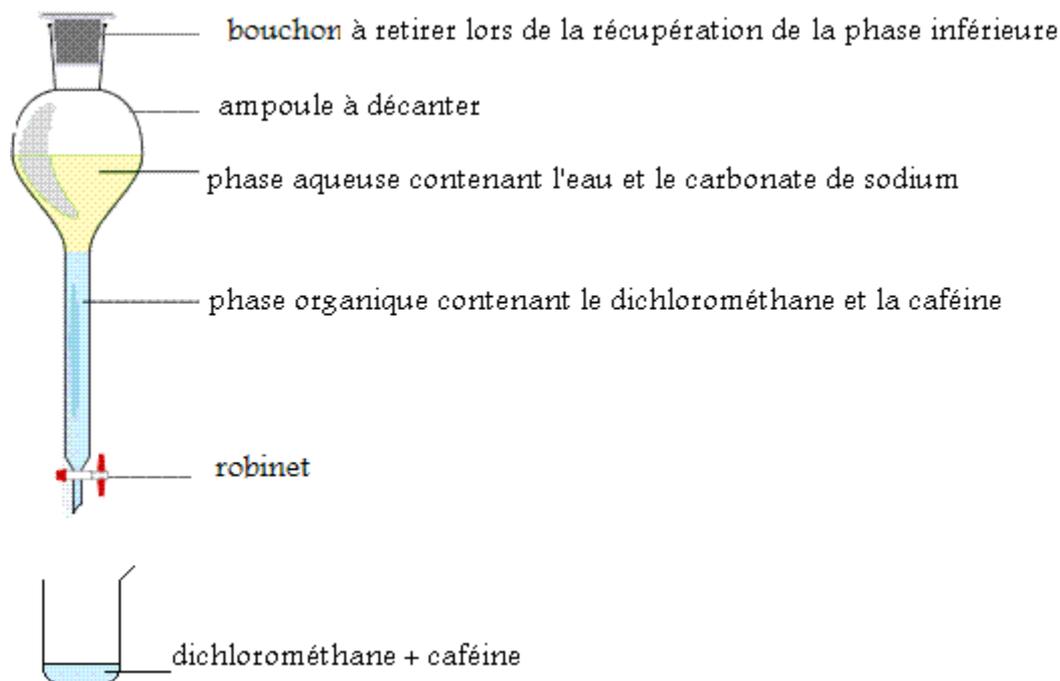


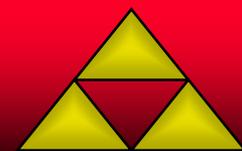
- **Etape 2 : La décantation**
- C'est une extraction par solvant dans une ampoule à décanter.
- On le fait deux fois pour extraire le plus possible de caféine.
- On obtient une phase organique (dite inférieure) et une phase aqueuse (dite supérieure)
- Schéma du montage ?
- Pourquoi les phases organiques sont elles dans ce cas appelés phases inférieures ?

# Exemple : Extraction par solvant de la caféine



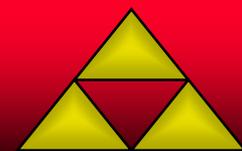
- les phases organiques se trouvent dans les phases inférieures car la densité du dichlorométhane est plus importante que celle de l'eau qui est de 1,00.
- La caféine se trouvant dans le dichlorométhane se trouvera donc dans la phase inférieure.





- Etape 3 : **Le séchage**
- On sèche les phases organiques réunies (phases inférieures puisque la densité du dichlorométhane est de 1,336 ) sur du sulfate de magnésium anhydre.
- On évapore ensuite le solvant et on pèse la poudre obtenue :  $m=0.37\text{g}$ .
- Quelle technique d'analyse permet d'identifier le produit comme étant essentiellement de la caféine ?

# Exemple : Extraction par solvant de la caféine

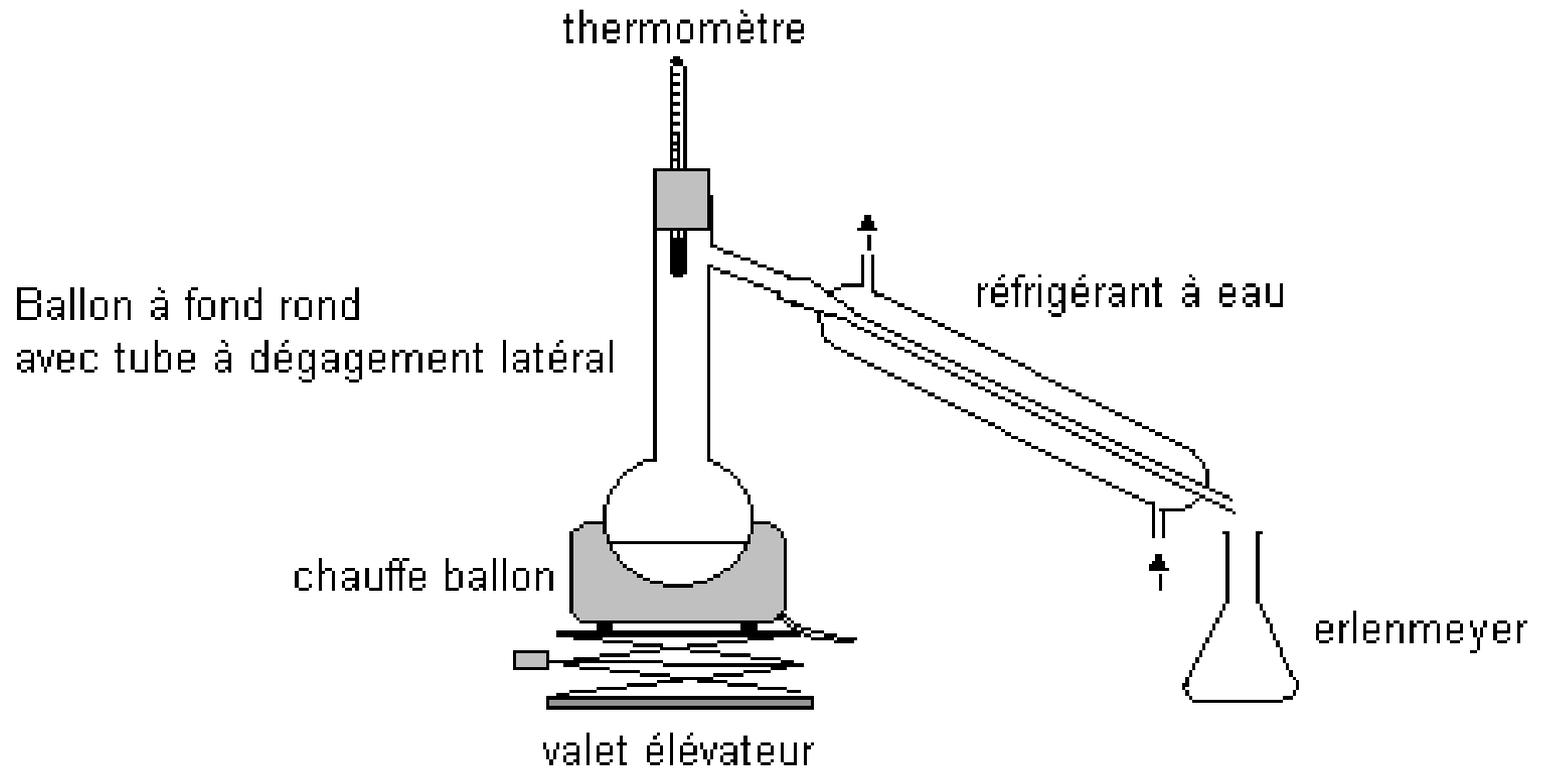


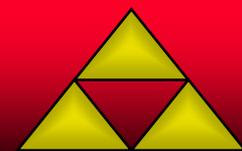
- Quelle technique d'analyse permet d'identifier le produit comme étant essentiellement de la caféine ?
- On peut utiliser la **chromatographie sur couche mince** pour identifier la caféine.
- Puisque que le produit obtenu ne contient que de la caféine alors il n'y aura qu'une seule tache sur le chromatogramme pouvant être identifiée en comparaison avec de la caféine pure en tant que témoin.
- La chromatographie est ici une **technique d'identification**.
- La chromatographie repose sur la différence de solubilité des constituants présents dans un mélange. Elle permet de séparer et d'identifier les différentes espèces chimiques constituant ce mélange.



- Cette technique fait intervenir quatre étapes (1 et 2/4).
- **1. Entraînement à la vapeur** : On fait bouillir un mélange d'eau et de substance naturelle contenant le composé à extraire (huile essentielle). La vapeur entraîne les huiles essentielles contenues dans le produit brut. Enfin on condense ces vapeurs à l'aide d'un réfrigérant.
- **2. Relargage** : Les huiles essentielles que l'on désire extraire sont des composés organiques en partie solubles dans l'eau. Le relargage consiste à les rendre moins solubles dans l'eau en ajoutant du chlorure de sodium. De cette façon il sera plus aisé de récupérer ces huiles essentielles.

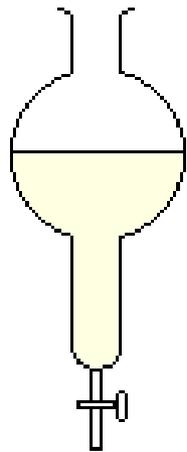
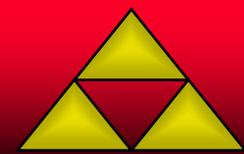
# Extraction par hydrodistillation ou entraînement à la vapeur



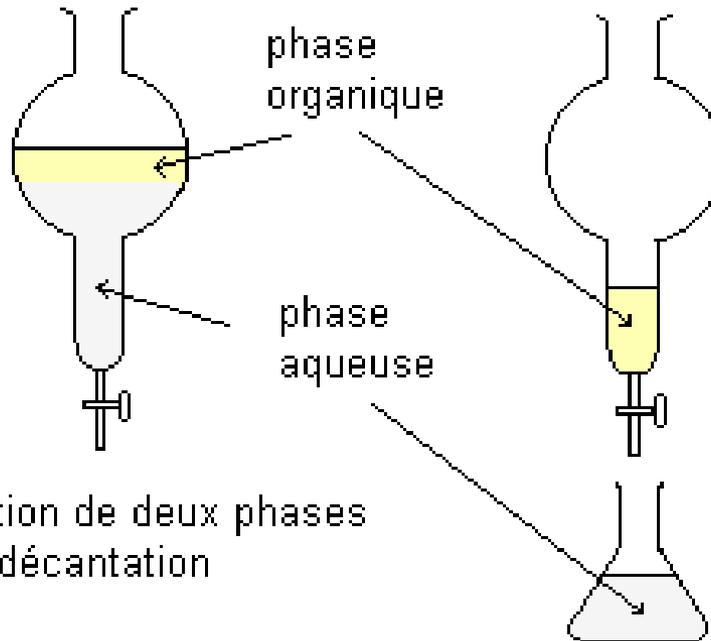


- Cette technique fait intervenir quatre étapes (3 et 4/4).
- **Décantation** : On la réalise dans une ampoule à décanter dans laquelle le mélange précédent se sépare en deux phases non miscibles. Une phase aqueuse, en général plus dense, se situe dans la partie inférieure et une phase organique, de densité plus faible et contenant la (ou les) huile(s) essentielle(s) se situe au dessus.
- **Séchage et filtration** : Afin d'éliminer le peu d'eau susceptible d'avoir été retenue dans la phase organique, on fait agir un déshydratant. C'est l'opération de séchage. On filtre ensuite pour ne recueillir que la phase organique exempte d'eau

# Hydrodistillation ou entraînement à la vapeur

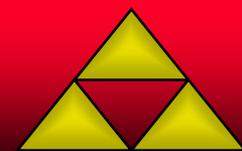


ampoule à décanter et distillat

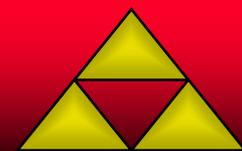


apparition de deux phases après décantation

séparation des deux phases



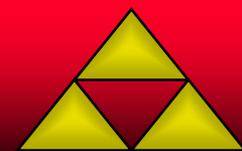
- Nous avons vu des **techniques d'extraction**
  - Extraction par solvant
  - Extraction par hydrodistillation
- Celles-ci font aussi appel dans leur processus à des techniques de base : des **techniques de séparation** et à des **techniques d'identification**
  - Séparation par décantation
  - Séparation par filtration
  - Séparation par distillation
  - Identification par chromatographie
  - Autres identifications



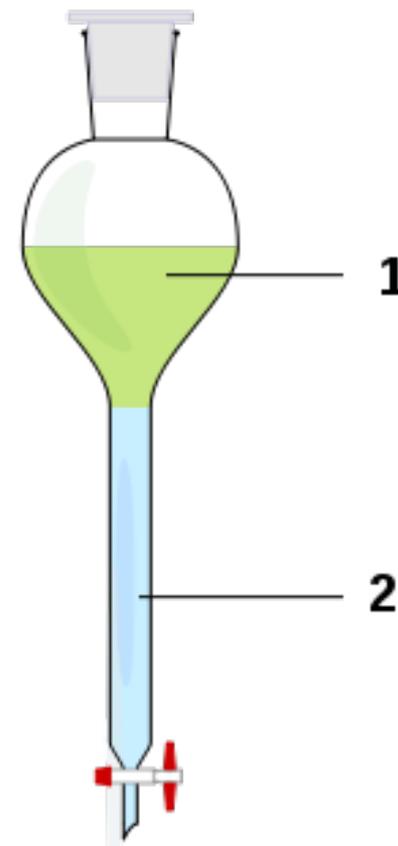
- La **masse volumique** d'un corps est le quotient de sa masse par son volume

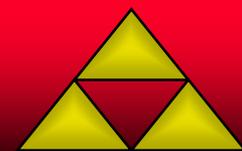
$$\rho = \frac{m}{V}$$

- $m$  : masse du corps (kg)
- $V$  : volume du corps ( $\text{m}^3$ )
- $\rho$  = masse volumique en  $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$
- La **densité** d'un corps est égale au quotient de sa masse volumique par la masse volumique du corps de référence (eau pour les liquides et les solides, air pour les gazs)

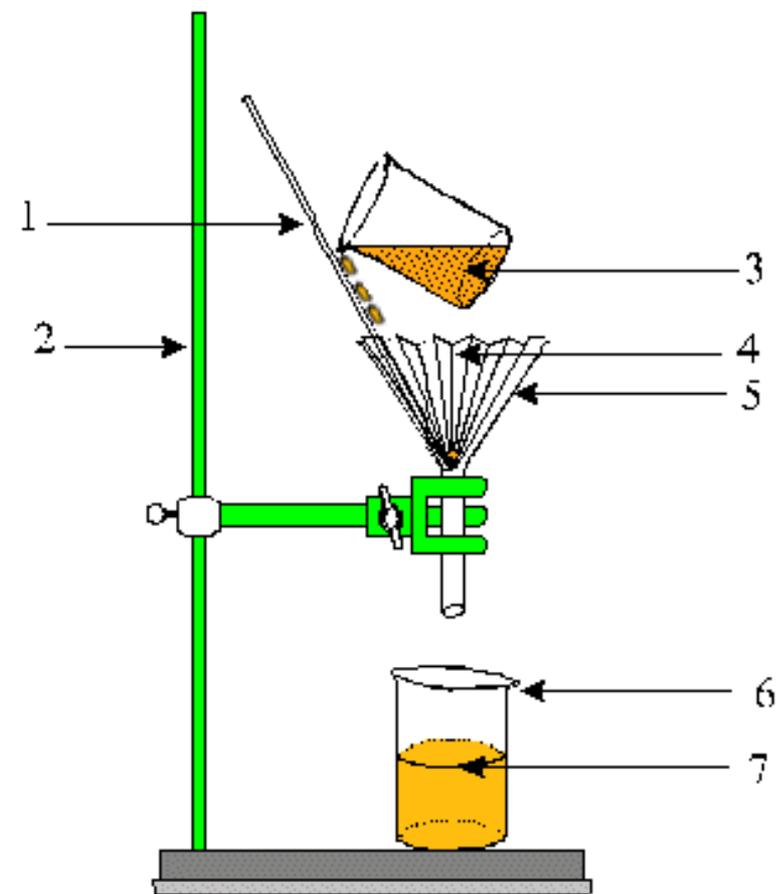


- La **décantation** est une opération de séparation mécanique, sous l'action de la gravitation, de plusieurs phases non-miscibles dont l'une au moins est liquide.
- On peut ainsi séparer soit plusieurs liquides non-miscibles de densités différentes, soit des solides insolubles en suspension dans un liquide.



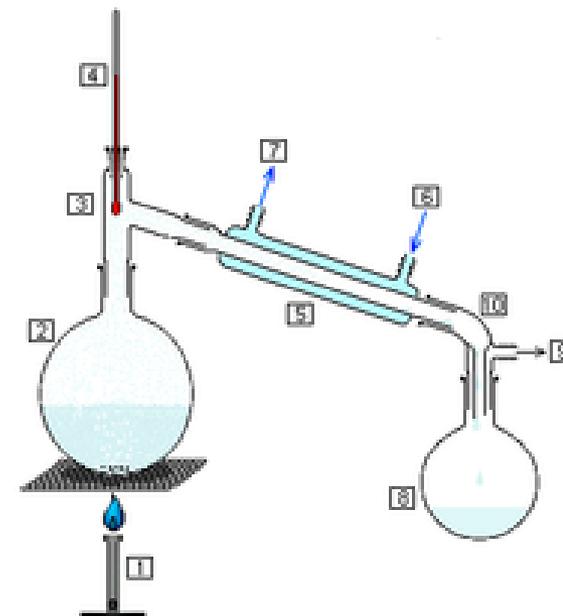


- Le but de la **filtration** est de séparer les constituants d'un mélange liquide - solide par passage à travers un milieu filtrant.
- Les particules solides restent piégées dans le filtre.
- Un liquide homogène traverse le filtre, c'est le filtrat.
- Cette opération est beaucoup plus rapide que la sédimentation: elle est donc plus utilisée.

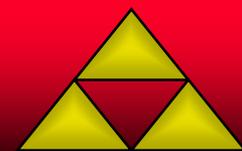




- La **distillation** permet de séparer, par différence de température d'ébullition, les constituants d'un liquide homogène



1. source de chaleur (ici, un brûleur Bunsen)
2. ballon à distiller
3. tête de distillation
4. thermomètre
5. réfrigérant à eau
6. entrée d'eau de refroidissement
7. sortie d'eau de refroidissement
8. ballon de réception des gouttes de distillat
9. vers une pompe à vide éventuelle
10. adaptateur pour la pompe à vide



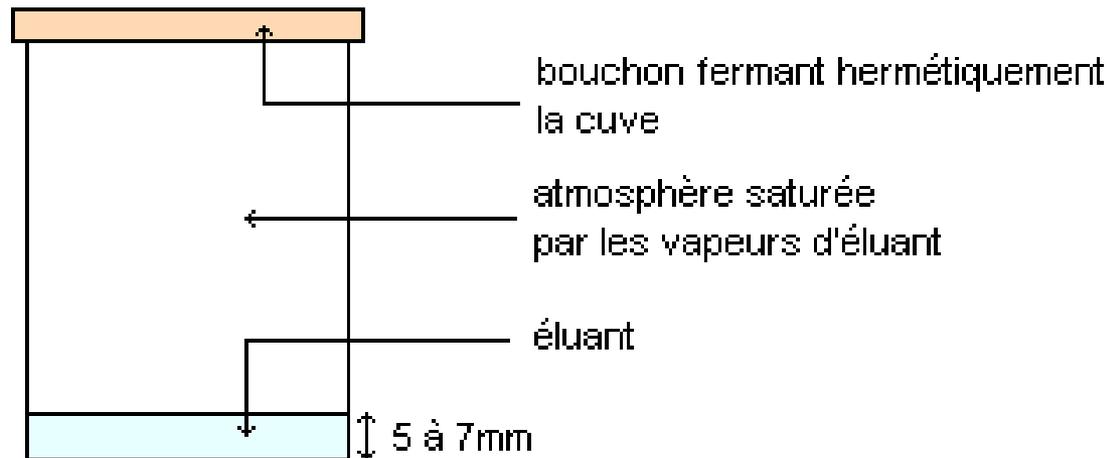
- La **chromatographie** repose sur une différence des solubilité des constituants présents dans un mélange.
- Elle permet de séparer et d'identifier les différentes espèces chimiques constituant ce mélange.
- A l'origine, c'était une technique de séparation de substances colorées, mais elle est aujourd'hui utilisée sur tous types de mélange.
- Pour réaliser une chromatographie, on a besoin :
  - d'une phase fixe (support solide)
  - d'une phase mobile, l'éluant, qui est un solvant ou un mélange de solvant.
- La phase mobile est absorbée par la phase fixe.
- La phase mobile entraîne les espèces chimiques le long de la phase fixe, mais à une hauteur différente pour chaque espèce (cela dépend de l'affinité de l'espèce chimique avec les deux phases).



- Le mélange à étudier, entraîné par une **phase mobile** ou **éluant**, migre (se propage) par capillarité sur un support fixe solide appelé **phase stationnaire** (gel de silice déposé en couche mince sur une plaque d'aluminium) où il se fixe.
- Les constituants du mélange se séparent par migration différentielle.
- Chacun des constituants est d'autant plus entraîné par l'éluant qu'il est plus soluble dans celui-ci et moins adsorbé (fixé) sur la phase stationnaire.
- Après migration, les taches correspondant à chaque constituant doivent être révélées (sauf si les constituants donnent des taches de couleurs différentes).



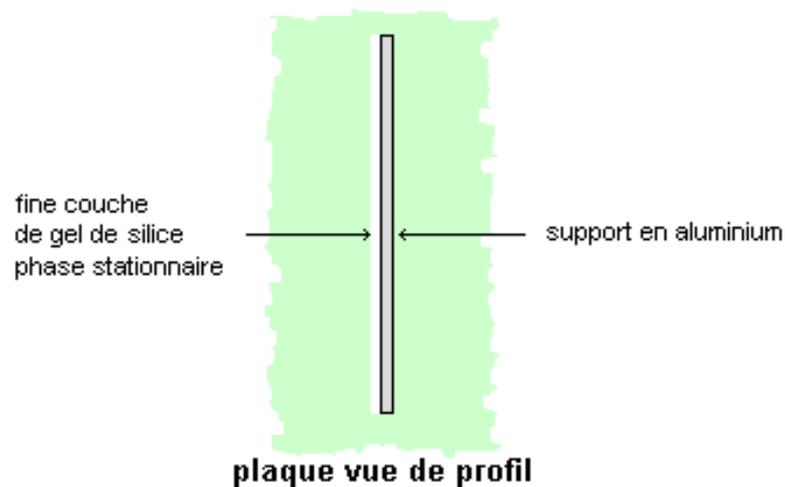
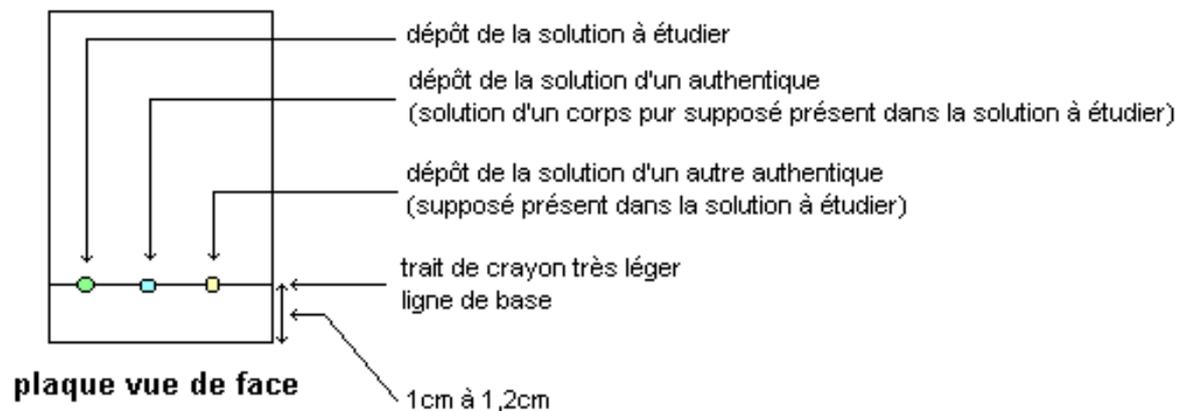
- **Préparation de la cuve à élution**

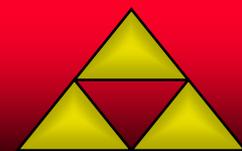


**cuve à élution**

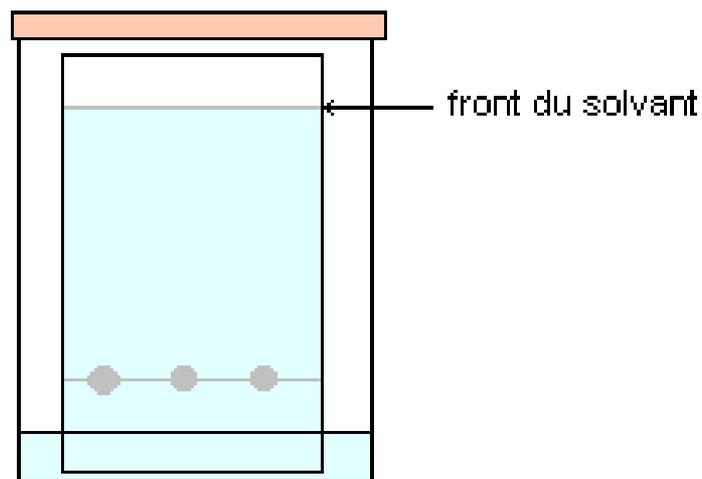


- **Préparation de la plaque** (phase stationnaire)

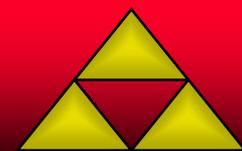




- **Elution** : La plaque est placée le plus verticalement possible dans la cuve à élution. Il faut alors éviter de remuer le dispositif pendant l'élution. On laisse l'éluant monter par capillarité jusqu'à environ un centimètre du bord supérieur de la plaque. On repère alors la position atteinte par le solvant à l'aide d'un trait de crayon très fin. Ce trait est appelé front du solvant.

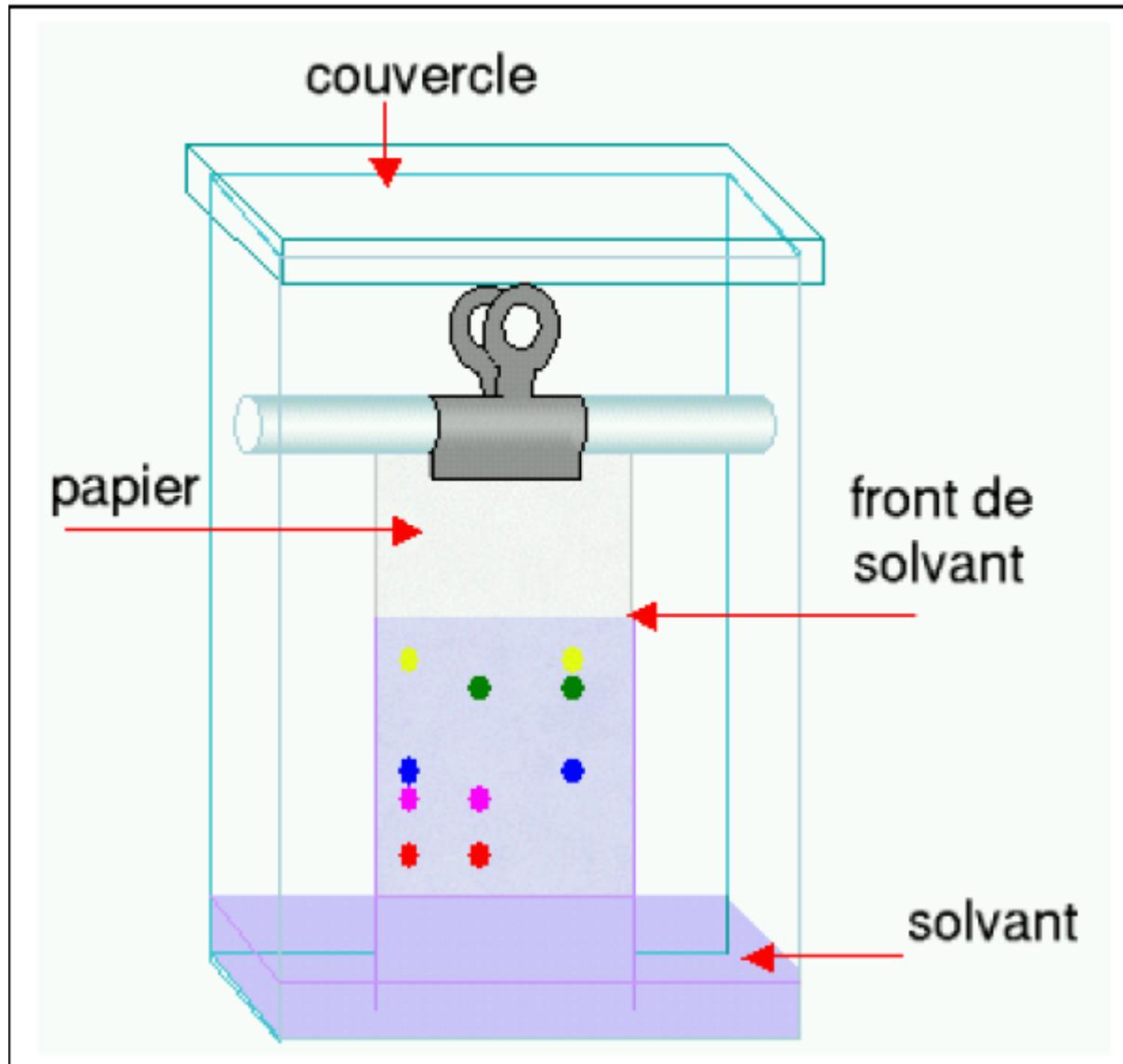
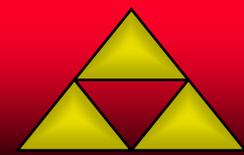


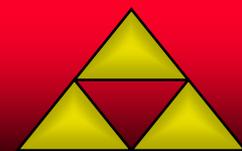
**Elution**



- **Révélation** : Lorsque l'opération précédente est achevée et que la plaque est sèche, il faut, dans le cas où les taches sont incolores, les faire apparaître.
- C'est l'opération de révélation.
- Cette révélation peut se faire de différentes manières suivant les corps que l'on veut mettre en évidence (lampe à UV, solution de permanganate de potassium, diode etc...), le principe étant de choisir un révélateur qui donne soit une réaction physique soit une réaction chimique avec les corps que l'on veut révéler.

# Chromatographie sur couche mince

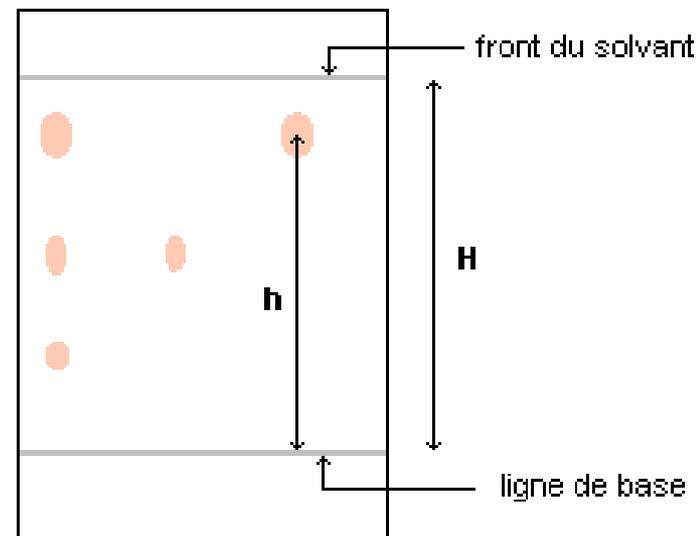




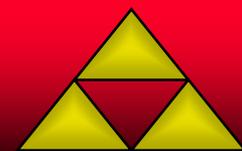
- **Analyse du chromatogramme :**  
Pour chaque tache révélée on détermine le rapport frontal:

$$r_f = \frac{h}{H}$$

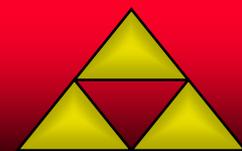
- où H représente la hauteur parcourue par le front du solvant entre la ligne de base et le front du solvant et h la hauteur parcourue par une tache entre la ligne de base et sa position au moment de la révélation.



Chromatogramme  
après révélation

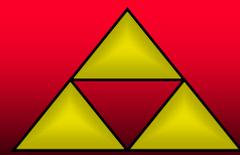


- **Interprétation** : Le chromatogramme présente autant de taches que l'échantillon étudié contient d'espèces chimiques différentes.
- Deux corps présentant le même rapport frontal  $R_f$  sur la même plaque sont identiques.
- En comparant les rapports frontaux des taches laissées par l'échantillon étudié aux rapports frontaux des taches laissées par les corps de référence (authentiques), il est possible de déterminer la composition de l'échantillon.
- Si le corps étudié ne présente qu'une tache après révélation on peut affirmer qu'il est pur.



- On peut aussi identifier une espèce chimique en déterminant :
- Ses caractéristiques physiques (aspect, odeur, couleur)
- Sa masse volumique ou sa densité
- Sa température de fusion
- Sa température d'ébullition

# Avons-nous atteint nos objectifs ?



- **Nous avons vu des techniques d'extraction**
  - Extraction par solvant
  - Extraction par hydrodistillation
- **Celles-ci font aussi appel dans leur processus à des techniques de base : des techniques de séparation et à des techniques d'identification**
- **Séparation**
  - Séparation par décantation
  - Séparation par filtration
  - Séparation par distillation
- **Identification**
  - Identification par chromatographie
  - Autres identifications

