

I. DEFINITION

- Une **extraction** consiste à tirer («**extraire**») une ou des espèces chimiques d'un milieu solide ou liquide.
- Les espèces chimiques obtenues après extraction constituent l'extrait. Dans le cas d'un extrait de produit naturel, on parle souvent d'« essence ».
- Les techniques de l'extraction ont de nombreuses applications. Elles sont très utilisées en chimie industrielle ou encore en parfumerie. On l'emploie également pour la dépollution des sols ou pour éliminer la caféine du café par exemple.

II. L'HYDRODISTILLATION ou extraction par entraînement à la vapeur

1) Principe

- Lorsqu'on chauffe des plantes ou des fruits, on provoque l'éclatement des cellules renfermant les substances odorantes (**appelées huiles essentielles**). Ces substances odorantes, **volatiles et peu solubles dans l'eau** sont entraînées par de la vapeur d'eau.
- Une **hydrodistillation** est la distillation d'un **mélange d'eau et d'un produit naturel**. Elle consiste à porter à ébullition le mélange, puis à condenser les vapeurs qui se dégagent, c'est-à-dire à les ramener à l'état liquide, afin de récupérer l'**huile essentielle**. L'hydrodistillation est une technique très ancienne. Elle était déjà connue dans l'Antiquité.

2) Réalisation

- Au laboratoire, l'hydrodistillation s'effectue avec le montage présenté sur le **doc.n°01 ci-dessous**. Le mélange d'eau et de produit naturel est chauffé. La vapeur qui se dégage est condensée dans le réfrigérant.
 - Le liquide obtenu, appelé distillat contient deux phases :
 - une phase organique: c'est l'huile essentielle;
 - une phase aqueuse : l'eau.
- Pour récupérer l'huile essentielle, on a recours à une extraction liquide-liquide, à l'aide de l'ampoule à décanter

III . EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE par solvant

a) Principe

- L'extraction par solvant consiste à faire passer, par solubilisation, la substance à extraire dans un solvant. Le solvant peut être de l'eau.
- En général, c'est plutôt un solvant organique, issu de la chimie du pétrole: le pentane, le cyclohexane, le toluène, le dichlorométhane, l'éther de pétrole
- Lorsqu'on prépare du thé, les arômes et les colorants des feuilles de thé sont extraits par l'eau qui joue le rôle du solvant.

b) Choix du solvant

Dans une extraction par solvant, le solvant extracteur est choisi de telle sorte que les espèces chimiques à extraire y soient le plus soluble possible.

Après extraction, on peut éventuellement procéder à l'évaporation du solvant pour récupérer l'extrait seul. Dans ce cas, le solvant doit être volatil, c'est-à-dire que sa température d'ébullition doit être basse.

La température d'ébullition d'un solvant est généralement indiquée sur l'étiquette du flacon

Enfin, les solvants organiques sont souvent inflammables et nocifs pour l'homme, comme pour la faune et la flore, Des critères de sécurité interviennent donc également dans leur choix.

IV. MESURE D'UNE DENSITE

1) Masse volumique

Elle est notée μ (mu) et elle vaut :

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

m : la masse du corps en kg
 V : Le volume du corps en m^3
 μ : La masse volumique en $kg \cdot m^{-3}$

Rem : - La masse volumique peut aussi s'exprimer en $g \cdot cm^{-3}$ avec $1 g \cdot cm^{-3} = 1000 kg \cdot m^{-3}$

- On a aussi : $1 kg \cdot m^{-3} = 1 g \cdot L^{-1}$

Exemple : $\mu_{eau} = 1000 kg \cdot m^{-3}$ ou $\mu_{eau} = 1000 g \cdot L^{-1}$ ou $\mu_{eau} = 1 g \cdot cm^{-3}$

2) Densité

- La densité d'un liquide ou d'un solide est déterminée par rapport à l'eau

- La densité d'un gaz est déterminée par rapport à l'air

$$d = \frac{m}{m_0}$$

m : la masse d'un volume V du corps
 m_0 : la masse du même volume V d'eau
 d : La densité (sans unité)

$$\text{ou : } d = \frac{\mu}{\mu_0}$$

μ : la masse volumique du corps
 μ_0 : la masse volumique de l'eau
 d : La densité (sans unité)

Rem : un liquide de densité $d = 1,2$ (sans unité) a pour masse volumique $\mu = 1,2 g \cdot cm^{-3}$

- Lorsque 2 liquides non miscibles sont introduits dans un même récipient, le moins dense surnage : il constitue la phase supérieure, alors que le plus dense constitue la phase inférieure

3) Concentration massique ou titre d'une solution

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

t : Concentration massique en $g \cdot L^{-1}$
 m : la masse du corps en g
 V : volume de la solution en L

4) Solubilité

- Si l'on cherche à dissoudre des quantités trop grandes d'une espèce dans un volume donné on atteint la SATURATION

- La solubilité c'est la concentration dans la solution saturée

Exemple : On peut dissoudre jusqu'à 360 g de sel dans 1 L d'eau à $0^\circ C$, la solubilité du sel est donc de $360 g \cdot L^{-1}$

Faire les exercices

- page 135 l'exercice résolu

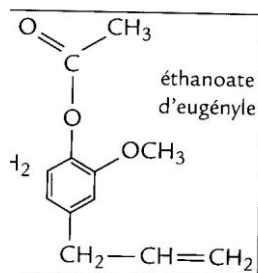
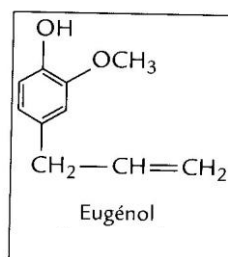
- page 137 n°06

I. OBJECTIFS

- Réaliser une hydrodistillation
- Réaliser une extraction liquide-liquide par solvant

II. INTERET

De nombreux végétaux contiennent des substances odorantes, volatiles et peu solubles dans l'eau appelées huiles essentielles. De plus, ces substances ont souvent des propriétés thérapeutiques. Pour les extraire des plantes, on utilise des techniques de décoction, de macération ou d'entraînement à la vapeur (hydrodistillation). Le clou de girofle est bien évidemment utilisé en cuisine en tant qu'épice mais il possède également des propriétés désinfectantes. De plus, il est particulièrement riche en huile essentielle (14 à 19 %), principalement composée d'eugénol et d'acétyleugénol.

**Matériel :**

- **Hydrodistillation :** 1 ballon de 250 mL, 1 réfrigérant droit à eau, 1 éprouvette de 100 mL, 1 chauffe-ballon.

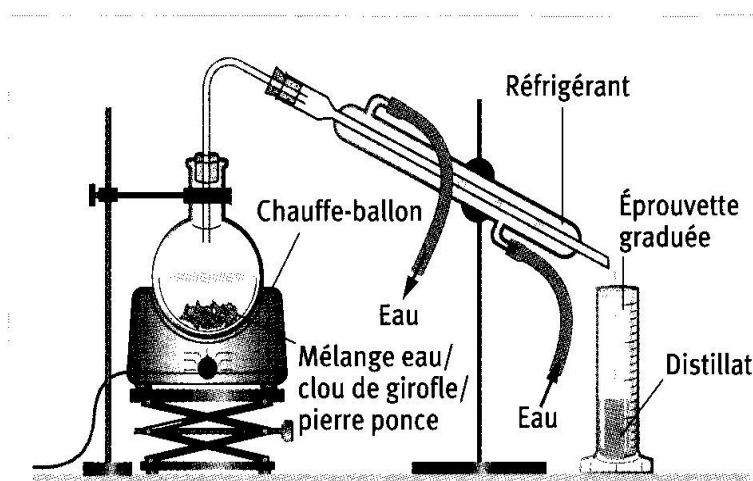
- **Extraction liquide-liquide par solvant:** 1 ampoule à décantier, 3 béchers, 1 éprouvette de 10 mL, 1 erlenmeyer, 1 bouchon, 1 entonnoir, 1 filtre.

Produits :

3 g de clous de girofle, 20 mL de cyclohexane, pierre ponce, 2 g de chlorure de sodium, sulfate de sodium anhydre.

III. MANIPULATION**1) Hydrodistillation ou entraînement à la vapeur**

- Introduire 3 g de clous de girofle dans le ballon avec 100 mL d'eau et quelques grains de pierre ponce.
- Mettre en place le montage d'entraînement à la vapeur.
- Porter le mélange à ébullition et distiller jusqu'à obtenir environ 30 mL de distillat (mesuré à l'éprouvette graduée).
- Verser le distillat dans un bécher.



doc 1

Montage d'hydrodistillation

2) Extraction par solvant

- L'huile étant moins soluble dans l'eau salée que dans l'eau, ajouter 2 g de chlorure de sodium dans le distillat.
- Introduire ce mélange dans l'ampoule à décanter (**pour l'utilisation de l'ampoule à décanter cf annexe 1 ci dessous**), robinet fermé (faire attention à ne pas verser le sel non dissous).
- Ajouter 5 mL de cyclohexane (éprouvette en verre).
- Agiter en effectuant de temps en temps un dégazage.
- Poser l'ampoule sur son support, la déboucher et laisser décanter pendant quelques minutes : 2 phases apparaissent.
- Recueillir la phase organique (phase supérieure) dans un erlenmeyer et la phase aqueuse dans un bécher.
- Effectuer une seconde extraction par 5 mL de cyclohexane sur la phase aqueuse du bécher.
- Regrouper les phases organiques.
- Ajouter une spatule de sulfate de sodium anhydre pour sécher, boucher l'erlenmeyer, agiter et laisser reposer.
- Filtrer dans un bécher propre et sec.
- Conserver dans un pilulier la phase organique obtenue pour une identification ultérieure.

IV. QUESTIONS

- 1) Que signifie la terminaison -ol du nom eugénole ? Recopier la formule de l'eugénole et entourer le groupement caractéristique.
- 2) Quelle autre fonction reconnaît-on ? L'entourer. L'eugénole présente-t-elle une isomérisation due à cette fonction ? Justifier.
- 3) Faire un schéma annoté du montage d'hydrodistillation.
- 4) Expliquer l'entraînement de l'huile essentielle par la vapeur d'eau.
- 5) Quel est le rôle du réfrigérant ? De la pierre ponce ?
- 6) Expliquer l'aspect trouble et blanchâtre du distillat.
- 7) Quel est le rôle du chlorure de sodium ajouté ? Comment appelle-t-on ce procédé ?
- 8) Pourquoi l'ampoule à décanter présente-t-elle deux phases après l'ajout du cyclohexane ?
- 9) Schématiser l'ampoule lors de la première extraction en précisant la position et la composition de ces deux phases. Justifier à partir des données.
- 10) Après décanter, pourquoi récupère-t-on la phase supérieure ?

Données :

- densités :

cyclohexane : 0,78 ; eugénole : 1,04 ; eau salée : 1,10

- solubilité :

	Eugénole	Eau salée	Cyclohexane
Solubilité dans l'eau salée	faible	/	très faible
Solubilité dans le cyclohexane	très grande	très faible	/

Annexe 1 : Utilisation d'une ampoule à décanter

L'ampoule à décanter est utilisée pour extraire par un solvant un composé dissous dans un autre solvant (généralement l'eau).

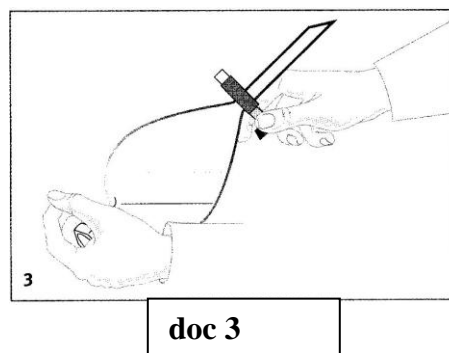
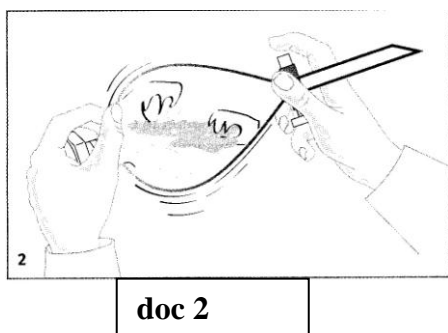
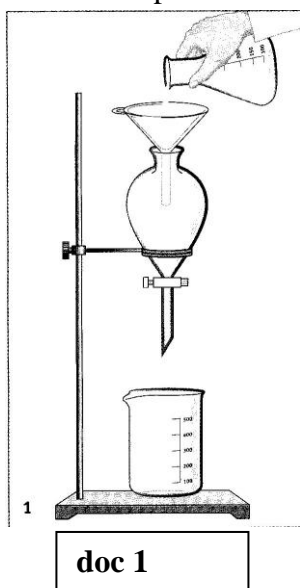
1) Placer l'ampoule à décanter sur son support, robinet fermé. Disposer un bêcher dessous. Introduire la solution contenant la substance à extraire, puis le solvant extracteur, par le haut de l'ampoule.

2) Boucher l'ampoule et la retirer du support. La renverser en prenant soin de bien tenir le bouchon d'une main et de l'autre le robinet.

3) Agiter énergiquement en ouvrant le robinet de temps en temps, afin d'éviter des problèmes de surpression dans l'ampoule (doc 2 et 3).

4) Vérifier que le robinet est fermé, puis replacer l'ampoule sur son support. Enlever le bouchon et laisser décanter le mélange pendant quelques minutes.

5) Ouvrir le robinet pour laisser le liquide le plus dense s'écouler. Le refermer lorsque la surface de séparation des deux liquides a atteint le robinet.



Annexe 2 : schémas de verreries

1- Verrerie d'usage courant :



bêcher



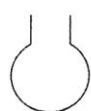
verre à pied



erlenmeyer



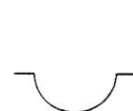
tube à essais



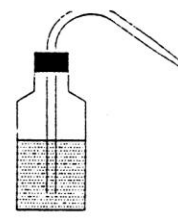
ballon à fond rond, à fond plat



ballon à fond plat



capsule



pissette

2- Verrerie de prélèvement :



pipette simple



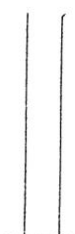
compte goutte



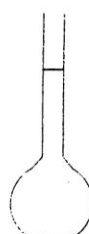
pipette jaugée



pipette graduée



éprouvette graduée

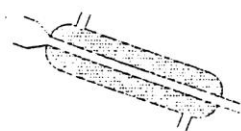


fiole jaugée



burette graduée

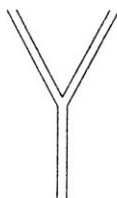
3 - Verrerie particulière: extraction et séparation



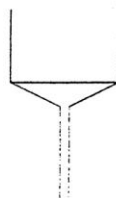
réfrigérant



ampoule à décanter



entonnoir



entonnoir de büchner

Annexe 3 : Sécurité au laboratoire de chimie

LES 27 COMMANDEMENTS DU CHIMISTE

Un incident au laboratoire, est souvent dû au non-respect des règles élémentaires de sécurité. Tout élève doit penser à sa propre sécurité et aussi à celle de ses camarades.

- 1) Le port de la blouse en coton est obligatoire.
- 2) Mettre, si possible, la blouse en dehors de la salle de TP ou dans les allées de la salle. Eviter de s'habiller ou de se déshabiller devant les paillasse.
- 3) Les habits ne doivent pas être mis sur ou à côté des paillasse. Ils doivent être accrochés à un endroit où ils ne risquent rien.
- 4) Manipuler avec la blouse fermée. Tous les vêtements flottants (écharpes ou autres) doivent être enlevés.
- 5) Les cheveux longs doivent être attachés.
- 6) Ne prendre que le minimum d'affaires sur la paillasse.
- 7) Au cours des manipulations, ranger les affaires sous la paillasse. On ne doit jamais manipuler au-dessus d'un classeur ouvert.
- 8) Les sacs doivent être rangés sous les paillasse. Aucun objet ne doit encombrer les allées.
- 9) **Toujours manipuler debout. Les tabourets ou les chaises doivent être rangés sous la paillasse afin de ne pas encombrer les allées.**
- 10) Le déplacement dans le laboratoire doit être réduit au minimum.
- 11) Pour chaque manipulation présentant un risque potentiel, mettre des gants et des lunettes de protection. **Même les personnes portant des lunettes correctives doivent se munir de lunettes de protection supplémentaires.**
- 12) Le port de lentilles de contact est à déconseiller au laboratoire. De nombreux produits volatils peuvent se dissoudre dans le liquide lacrymal sur lequel surnage la lentille et provoquer des irritations importantes (phénomène accentué avec des lentilles souples).
- 13) Si vous manipuler avec des gants de ne pas se toucher le visage ou toute autre partie du corps au cours de la manipulation.
- 14) Il est formellement interdit de se servir du bec Bunsen ou d'une plaque chauffante en portant des gants.
- 15) Toute manipulation dangereuse doit être réalisée sous une hotte ventilée, avec vitres protectrices.
- 16) Le pipetage à la bouche est à proscrire, même pour des produits réputés peu nocifs.
- 17) Utilisation d'un tube à essai : ne mettre que 2 à 3 cm de réactifs.
- 18) Chauffage d'un tube à essai dans la flamme d'un bec Bunsen (tube légèrement incliné et dont l'ouverture est orientée vers l'extérieur des paillasse, la flamme chauffant la surface du liquide et non le bas du tube à essai).
- 19) Les pipettes ou les bouchons des flacons ne doivent pas souiller les paillasse. Les paillasse doivent être constamment propres.
- 20) On évitera de nettoyer une paillasse souillée avec un torchon ; on utilisera une éponge que l'on rincera ensuite abondamment.
- 21) Pour nettoyer la verrerie et l'essuyer, mieux vaut prendre du papier filtre qu'un torchon.
- 22) Ne jamais jeter à l'évier :
 - des produits réagissant violemment avec l'eau (métaux alcalins, composés organométalliques ..)
 - des produits toxiques (phénol, naphthol, cyanures, sels de certains métaux : mercure, plomb, thallium, chrome, cadmium, zinc, cuivre...),
 - des produits inflammables (solvants...),
 - des produits nauséabonds (mercaptans, thiols, sulfures...),
 - des produits lacrymogènes (halogénures d'acyle...),
 - des produits difficilement biodégradables (dérivés polyhalogénés...).
 - Les produits chimiques doivent pouvoir être récupérés dans des bidons adaptés.
- 23) Ne pas chercher à connaître un gaz à son odeur
- 24) Ne jamais verser de l'eau dans un acide concentré, mais toujours de l'acide dans l'eau
- 25) Ne pas refroidir brutalement un récipient en verre chaud
- 26) Par mesure d'hygiène, ne jamais déjeuner ou consommer de boisson dans la salle de TP (**sauf indication contraire du prof**) et surtout ne pas boire dans des récipients de la salle de TP.
- 27) Se laver les mains après avoir manipulé

MATERIEL PAR GROUPE :**Montage d'Hydrodistillation :**

- 1 ballon de 250 mL
- 1 réfrigérant droit à eau
- 1 éprouvette de 100 mL
- 1 chauffe-ballon.

Extraction liquide-liquide par solvant:

- 1 ampoule à décanter + bouchon + support
- 3 béchers
- 1 éprouvette de 10 mL
- 1 erlenmeyer de 250 mL + bouchon
- 1 entonnoir + papier filtre.

Petit matériel :

- 1 spatule
- 1 agitateur verre
- 1 pilulier
- 1 marqueur

PRODUITS :

- 3 g de clous de girofle par groupe
- cyclohexane
- pierre ponce
- 2 g de chlorure de sodium par groupe
- sulfate de sodium anhydre.