

T.P. C12 : Miscibilité et solubilité ; application à l'extraction

Objectifs : comprendre et utiliser les propriétés de miscibilité des liquides et de solubilité des espèces chimiques dans des solvants afin de mettre en œuvre des méthodes d'extraction de substances chimiques.

On manipulera avec des gants et des lunettes, et sous hotte.

I.- Notions de miscibilité et de solubilité

1) Miscibilité ou non miscibilité de deux solvants

On dispose de quatre liquides différents :
de l'eau colorée en bleu par des cristaux de sulfate de cuivre (CuSO_4) à 10 g/L (densité 1,01)
de l'éthanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$, de densité 0,79)
du dichlorométhane (CH_2Cl_2 , de densité 1,32)
du cyclohexane (C_6H_{12} , de densité 0,78)

En chimie, ces liquides sont en général utilisés pour recueillir des substances chimiques qui s'y dissolvent bien : on qualifie ces types de liquides de « solvants ».

Attention, les solvants peuvent être dangereux. Ce danger est figuré sur les bouteilles par un pictogramme de sécurité et des phrases de risque et de sécurité. On donne les informations suivantes :

Nom	Ethanol	Cyclohexane	Dichlorométhane
	Symbole : F	Symbole : F	Symbole : Xn
Pictogramme			
Risques	R : 11	R : 11	R : 40
Sécurité	S : 2-7-16	S : 2-9-16-33	S : 2-23-24/25-36/37

Q.1. : Donner la signification des pictogrammes ainsi que les précautions à prendre avant toute manipulation de ces produits

Q.2. : De quelle couleur sont l'éthanol, le dichlorométhane et le cyclohexane?

E.3. : Numéroter six tubes à essai. Dans les tubes 1, 2 et 3, mettre de l'eau colorée jusqu'à une hauteur de 2 cm. Dans le tube 4, verser jusqu'à une hauteur de 2 cm de l'éthanol, dans le tube 5, faire de même avec le dichlorométhane, et enfin dans le tube 6, verser un volume similaire de cyclohexane.

E.4. : Verser le contenu du tube 4 dans celui du tube 1. Boucher le tube 1, l'agiter et observer.

E.5. : Verser le contenu du tube 5 dans celui du tube 2. Boucher ce dernier et agiter. Qu'observe-t-on ?

E.6. : Verser le contenu du tube 6 dans celui du tube 3. Boucher ce dernier et agiter. Qu'observe-t-on ?

S.7. : Faire un schéma légendé des tubes 1, 2 et 3 dans leur état final.

Q.8. : Conclure pour les trois expériences que vous venez de faire en introduisant la notion de miscibilité. Comment peut-on prévoir ces résultats à l'aide de la densité des liquides envisagés ?

2) Solubilité des espèces chimiques dans les solvants

E.9. : Mettre dans deux tubes de l'eau iodée sur 1 cm de hauteur (l'un des deux servants de témoin). Dans un autre tube, verser du cyclohexane sur 3 cm de hauteur. Verser le contenu de ce dernier tube dans le premier. Boucher, agiter puis observer. On conservera le contenu de ce tube à essai pour la suite des manipulations.

Q.10. : Où se trouve le cyclohexane ? Pourquoi ? Comment s'en assurer rapidement ?

Q.11. : Que s'est-il passé ? On pourra comparer la couleur obtenue à celle du témoin.

S.12. : Faire un schéma légendé de l'expérience.

Q.13. : Conclure sur la **solubilité** du diiode dans ces deux solvants (cette grandeur mesure la dose maximale de soluté diiode que l'on peut dissoudre dans le solvant choisi).

II.- Extraction liquide-liquide

Les propriétés de miscibilité et de solubilité sont à la base de l'extraction liquide-liquide, technique expérimentale qui consiste à faire passer une espèce chimique déjà en solution dans un solvant **vers un autre solvant** (non miscible avec le premier), dans lequel cette espèce chimique est **davantage soluble**. Nous venons déjà d'extraire le diiode de l'eau iodée. Pour recueillir le diiode, maintenant en solution dans le cyclohexane, il faut séparer les deux phases liquides en présence, pour recueillir uniquement celle ayant pour solvant le cyclohexane. Pour cela, on utilise une **ampoule à décanter**.

E.14. : Vérifier que le robinet d'ouverture de l'ampoule à décanter est bien fermé. Verser le contenu du précédent tube à essai dans l'ampoule à décanter. Remettre le bouchon. Sortir l'ampoule de son support (souvent un anneau), la renverser en tenant le bouchon au creux de sa paume. Agiter l'ampoule à décanter en **dégazant** de temps à autre (c. à d. en ouvrant

le robinet, l'ampoule étant « bec » vers le haut), **l'ouverture n'étant dirigée ni vers un autre élève ni vers le professeur** : cela permet d'éviter une explosion due à une surpression importante dans l'ampoule à décanter. Puis remettre celle-ci sur son support, la déboucher et laisser reposer. Attendre la **démixion** et observer.

S.15. : Faire un schéma de l'ampoule à décanter. Quel liquide constitue la phase supérieure ? Quel liquide constitue la phase inférieure ? Comment s'en assurer ?

E.16. : Recueillir la phase inférieure dans un premier bécher (B₁). Dans un second bécher (qui sert de « poubelle »), recueillir le reste de la phase inférieure et le début de la phase supérieure. Dans un autre bécher (B₃), recueillir la phase supérieure.

E.17. : Verser le contenu de (B₁) dans un tube à essai, et y rajouter un peu de cyclohexane. On procédera comme en E.6.

Q.18. : Qu'observe-t-on ? Qu'en conclure ?

III.- Application à l'extraction de l'huile essentielle de clou de girofle

Quand une espèce chimique est assez volatile et qu'elle ne se laisse pas très facilement extraire par un solvant liquide on peut parfois la "tirer" de son milieu grâce à de l'eau liquide bouillante : l'espèce recherchée se vaporise peu à peu ; et ces vapeurs sont entraînées par la vapeur d'eau puis condensées. En parfumerie, l'**hydrodistillation** permet d'obtenir des liquides parfumés à partir de végétaux (fleurs, graines, fruits...). Ce sont les **huiles essentielles**.

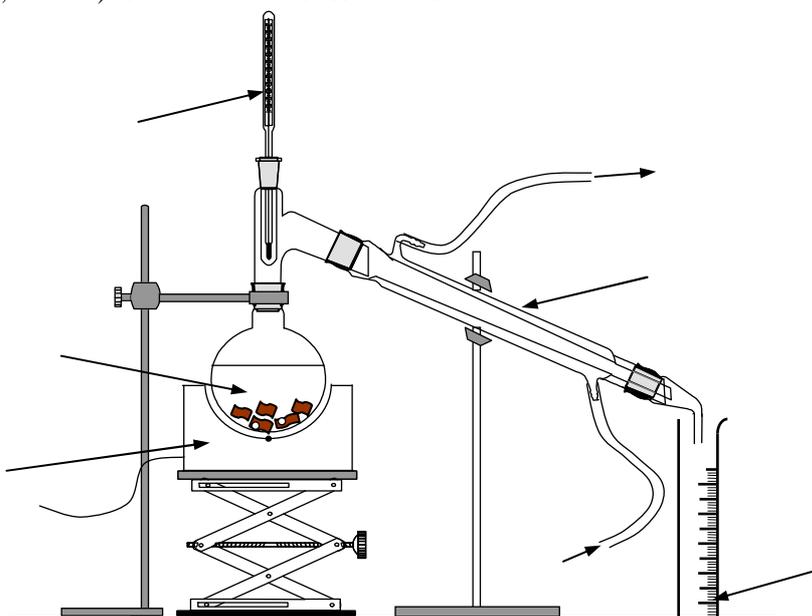
L'eugénol le principal constituant du clou de girofle.

E.19. : On écrase des clous de girofle dans un mortier avec un pilon et on en introduit environ 10 g dans un ballon à fond rond de 250 mL contenant déjà 100 mL d'eau distillée (on a ainsi réalisé une **macération**) et on l'intègre dans un montage d'hydrodistillation.

Le montage d'hydrodistillation permet de « canaliser » les vapeurs gazeuses puis de les « concentrer » grâce au **réfrigérant à eau** (également appelé **condenseur**) dans l'éprouvette graduée. Le **distillat** obtenu contient de l'eau et l'huile essentielle de clou de girofle.

S.20 : Reproduire et légénder le schéma d'hydrodistillation

E.21. : Le mélange est porté à ébullition à l'aide d'un chauffe-ballon. Qu'observe-t-on ?



Le distillat obtenu ne permet pas la récupération de l'huile essentielle par simple décantation. Nous allons donc employer un **solvant judicieusement choisi** pour réaliser cette extraction.

E.22. : Ajouter quelques mL d'eau salée saturée au distillat. Boucher et agiter. On nomme cette opération le **relarguage**.

Q.23. : A l'aide du tableau suivant, justifier l'intérêt de cette étape de relarguage.

	Eau	Eau salée	Cyclohexane	Huile essentielle de cannelle	Huile essentielle de clou de girofle
Densité	1	1,1	0,78	1,11	1,06
Solubilité dans l'eau	-	-	nulle	faible	faible
Solubilité dans l'eau salée	-	-	nulle	très faible	nulle
Solubilité dans le cyclohexane	nulle	nulle	-	importante	importante

E.24. : Pour extraire l'huile de clou de girofle de l'hydrodistillat, nous allons utiliser le cyclohexane. Procéder de manière analogue à la manipulation E3 en rassemblant toutes les portions dans une seule ampoule à décanter.

Q.25. : A l'aide du tableau suivant, justifier l'emploi du cyclohexane comme solvant d'extraction.

Q.26. : Faire un schéma de l'ampoule à décanter en justifiant la composition et la position de chaque phase.

T.P. C 2 : Miscibilité et solubilité ; application à l'extraction

Poste central

- 2 L solution (Cu^{2+} (aq), SO_4^{2-} (aq)) à 10 g/L
- 1L Ethanol, dichlorométhane et cyclohexane **sous la hotte** avec 3 verre à pieds
- 1L eau salée saturée
- Eau iodée (solution I_2 jaune clair)
- 1 grande ampoule à décanter + support
- Gants et lunettes de protection
- Mortier et pilon
- 3 balances + coupelles
- Béchers

Paillasse élèves

- Tubes à essais et porte-tube
- Bouchons pour tubes à essais
- Ampoule à décanter avec support
- Pissette
- 4 Béchers
- Montage d'hydrodistillation