

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université de Jijel – Mohammed Seddik Benyahia



Faculté des sciences exactes et informatique
Département de Chimie

Polycopié
Travaux pratiques de
Chimie Organique

Destinés aux étudiants de 2^{ème} année
Filière : Chimie



Elaboré par:
Dr. FAR Hadjer

Année universitaire: 2025/2026

Avant-propos

Les travaux pratiques de Chimie Organique 1, **destinés aux étudiants de 2ème année en chimie (semestre 03)**, ayant déjà acquis des connaissances de base en chimie générale et en chimie organique théorique. Conçu pour renforcer et compléter leur formation théorique par une approche pratique et expérimentale,

Ce module offre aux étudiants une introduction pratique aux principes fondamentaux de la chimie organique, à travers cinq ou six travaux pratiques, tels que la synthèse de l'acide benzoïque et la recristallisation de l'acide benzoïque.... Les séances incluent des expériences classiques pour approfondir la compréhension des réactions et synthèse organiques, et enseigner des techniques de laboratoire comme la filtration, la distillation et la recristallisation.... tout en mettant l'accent sur la sécurité en laboratoire et la manipulation correcte des produits chimiques.

L'objectif général est d'illustrer les concepts théoriques et pratiques, d'encourager la démarche scientifique et de promouvoir la sécurité en laboratoire, tout en offrant une expérience d'apprentissage riche et pratique, combinant théorie et pratique, pour développer les compétences professionnelles, pratique et l'esprit critique des étudiants, à leur permettre de collaborer efficacement, de manipuler différentes réactions organiques, ainsi que de purifier et analyser les produits obtenus.

Table des matières

RECOMMANDATIONS ET CONSIGNES	1
✚ Consignes de sécurité	1
✚ Produits dangereux et produits toxiques	2
✚ Premiers secours en cas d'accident.....	2
LA SYNTHÈSE EN CHIMIE ORGANIQUE	3
I. Réaction de synthèse.....	3
1. Séparation des produits.....	5
A. L'évaporateur rotatif	5
B. Filtration	6
C. Décantation.....	7
D. Séchage.....	7
2. Purification des produits	7
❖ Comment rédiger le compte rendu du TP	9
TP N° 1 Synthèse d'un conservateur alimentaire.....	10
TP N° 2 Extraction liquide- liquide.....	15
TP N° 3 Recristallisation de l'acide benzoïque	20
TP N°4 Synthèse du Savon	24
TP N°5 Distillation	28
TP N°6 Extraction des huiles essentielles de menthe.....	32
REFERENCES :	36
Annexe	37

RECOMMANDATIONS ET CONSIGNES

Lors des travaux pratiques (TP) de chimie, on manipule nécessairement :

- des instruments en verre fragiles tels que les éprouvettes, ballons, réfrigérants ou colonnes de distillation,
- des dispositifs de chauffage comme les plaques chauffantes, chauffe-ballon, banc Kofler ou bec Bunsen,
- ainsi que divers produits chimiques, notamment solvants, acides, bases, oxydants, indicateurs colorés et sels.

Il est donc crucial de suivre un ensemble de consignes de base, visant à garantir à la fois la sécurité personnelle et la préservation du matériel et l'environnement. Les principales règles à observer lors des TP de chimie sont les suivantes :

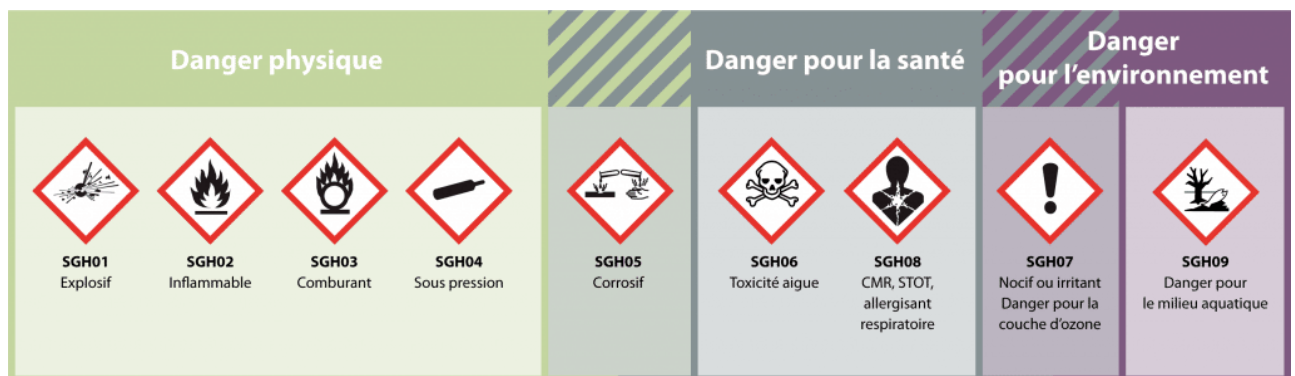
Consignes de sécurité

La sécurité en laboratoire doit être une priorité constante. La majorité des composés organiques sont inflammables, certains émettent des vapeurs irritantes ou toxiques, et certaines réactions peuvent devenir dangereuses. De manière générale, il est essentiel de respecter les consignes suivantes :

1. Par mesure d'hygiène, il est interdit de manger dans le laboratoire.
2. Le port de la blouse 100% coton est obligatoire. La blouse doit être de longueur raisonnable et à manches longues.
3. Les étudiants doivent toujours manipuler debout. Aucun objet ne doit encombrer les paillasses.
4. Les tabourets ou les chaises doivent être rangés sous les paillasses afin de ne pas encombrer les allées.
5. Toute manipulation de produits chimiques présentant un risque doit être réalisée sous une hotte ventilée, avec vitres protectrices.
6. Le pipetage à la bouche est interdit. Utiliser les propipettes.
7. Toute observation de près des récipients contenant des liquides en ébullition est interdite.
8. Ne pas sentir le contenu d'un récipient pour l'identifier à son odeur. Reboucher tout flacon immédiatement après usage.
9. Ne jamais prendre de produits solides avec les doigts, utiliser une spatule.

10. Utiliser des verreries résistantes aux hautes températures (verrerie borosilicate) lorsqu'il faut chauffer.
11. Éviter de faire subir des chocs thermiques à la verrerie (ne pas refroidir brutalement un récipient chaud).
12. Les paillasses doivent être nettoyées au cours de la séance et laissées parfaitement propres et sèches en fin de séance.
13. Il est impératif de se laver soigneusement les mains après manipulation.
14. Il est recommandé de ne jamais jeter dans les éviers de laboratoires, les produits à risque : Verser les solutions dans les flacons de récupération prévus à cet effet.

Produits dangereux et produits toxiques



Premiers secours en cas d'accident

1. **Projection sur la peau :**

- Laver la zone touchée longuement et abondamment à l'eau claire jusqu'à élimination complète du produit.
- Ne pas tenter de neutraliser les substances acides ou basiques.

2. **Projection dans les yeux :**

- Rincer immédiatement et généreusement à l'eau froide.
- Consulter systématiquement un ophtalmologiste après l'incident.

LA SYNTHÈSE EN CHIMIE ORGANIQUE

Une synthèse en chimie organique se déroule classiquement en **trois grandes étapes complémentaires** : la **réaction de synthèse**, la **séparation** et la **purification des produits**, puis leur analyse et identification. Chacune de ces étapes est indispensable pour obtenir un composé pur et correctement caractérisé.

I. Réaction de synthèse

Avant toute manipulation, une préparation rigoureuse est nécessaire. Elle consiste à connaître :

- L'équation chimique équilibrée
- Le mécanisme réactionnel
- Les quantités exactes des réactifs à utiliser (moles, masses, volumes).
- Les propriétés physico-chimiques des réactifs et des produits préparés (point de fusion ou d'ébullition, densité, indice de réfraction) et les risques associés aux substances manipulées.
- Le choix du montage expérimental et l'organisation précise des étapes opératoires.

Choix du montage :

Le montage est sélectionné en fonction de plusieurs paramètres : **température de réaction (nécessité d'un contrôle thermique) agitation, ajout progressif d'un réactif ou d'un catalyseur, reflux ou dégagement gazeux**. Il doit être stable et sécurisé.

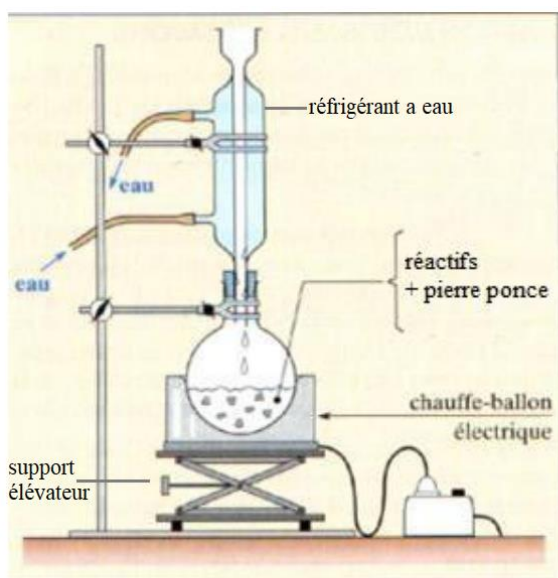
1. Chauffage :

Le chauffage à reflux est une technique couramment utilisée en synthèse organique.

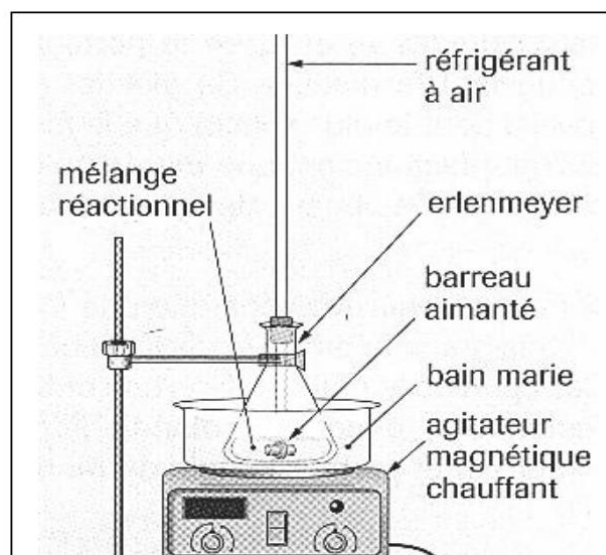
Il permet d'accélérer une réaction chimique tout en évitant les pertes de matière. Les vapeurs formées lors de l'ébullition sont condensées et retournent dans le ballon, ce qui permet de maintenir le volume et la composition du milieu réactionnel constants.

Ce montage comprend généralement :

- Un ballon contenant le mélange réactionnel et quelques grains de pierre ponce pour assurer une ébullition régulière (La pierre ponce contient de l'air dans ces pores et par chauffage, cet air est chassé sous forme de bulles qui servent d'origine à une bulle de vapeur).
- Un réfrigérant (à eau ou à air) permettant la condensation des vapeurs grâce à une circulation constante d'eau froide;
- Un dispositif de chauffage (chauffe-ballon ou bain-marie) ;
- Un support élévateur pour un arrêt rapide du chauffage.



Montage de chauffage à reflux avec refroidissement à eau



Montage de chauffage à reflux avec refroidissement à air

2. Refroidissement et agitation

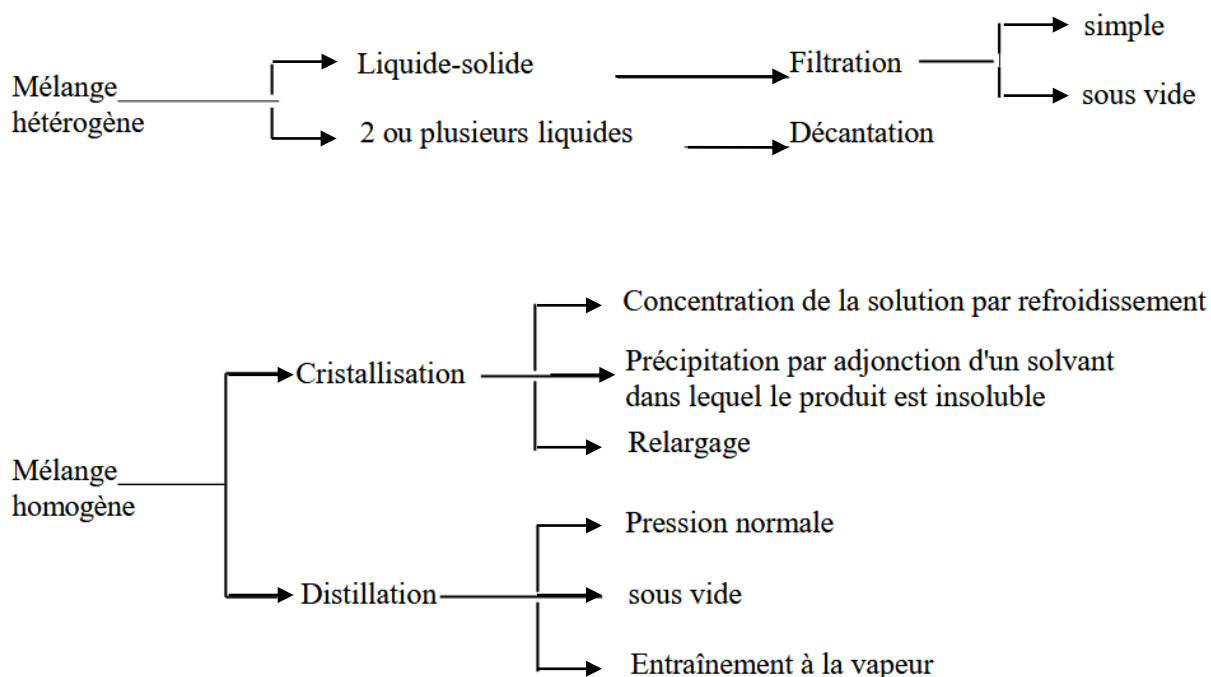
- ✚ Certaines réactions, notamment exothermiques, nécessitent un refroidissement externe (eau froide, glace ou mélange glace-sel).
- ✚ L'agitation, le plus souvent magnétique, permet d'homogénéiser le milieu réactionnel et d'améliorer le contact entre les réactifs.

Remarque : À l'issue de la réaction, le produit obtenu ne peut être considéré comme final qu'après isolement, purification et identification.

II. SÉPARATION ET PURIFICATION DES PRODUITS

Cette étape consiste à isoler le produit de réaction des réactifs non consommés, des sous-produits et du solvant.

1. Séparation des produits

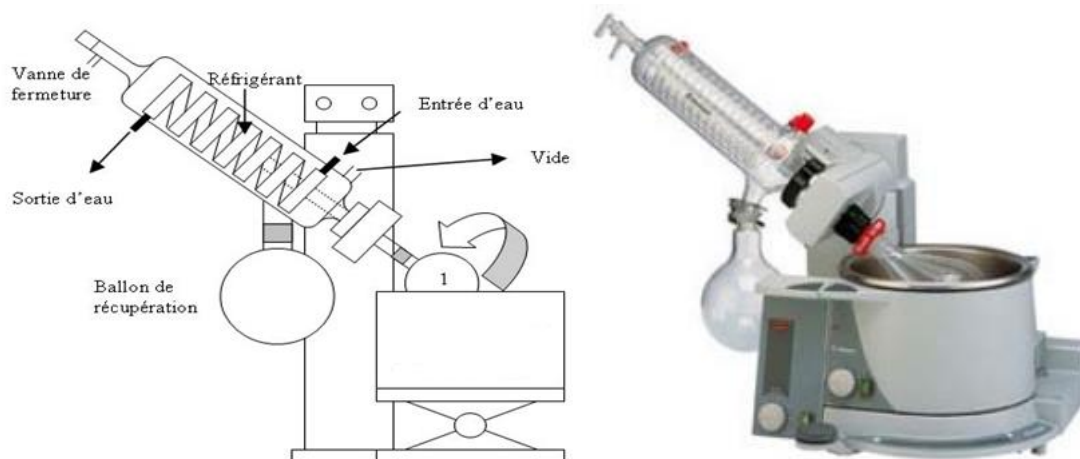


Selon la nature du mélange obtenu, différentes techniques peuvent être utilisées :

- **Filtration** : séparation d'un solide et d'un liquide dans un mélange hétérogène ;
- **Décantation** : séparation de deux liquides non miscibles à l'aide d'une ampoule à décanter ;
- **Cristallisation ou précipitation** : séparation d'un solide à partir d'une solution ;
- **Distillation** : séparation de liquides miscibles ayant des températures d'ébullition différentes ;
- **Évaporation sous pression réduite** : élimination rapide du solvant.

A. L'évaporateur rotatif

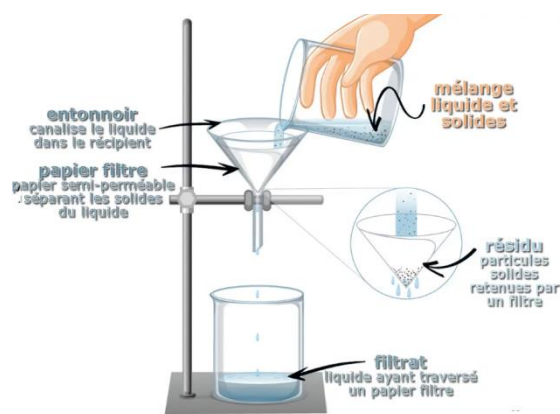
L'évaporateur rotatif permet d'éliminer un solvant par évaporation sous pression réduite, ce qui abaisse la température d'ébullition et limite les risques de dégradation thermique. La rotation du ballon favorise une évaporation rapide et homogène, tandis que le solvant vaporisé est condensé et récupéré.



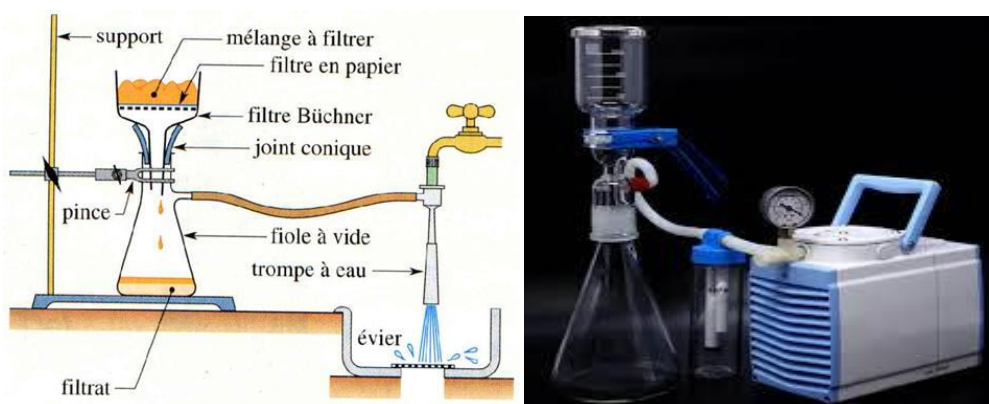
B. Filtration

La filtration peut être réalisée :

- à pression atmosphérique à l'aide d'un filtre plissé ;



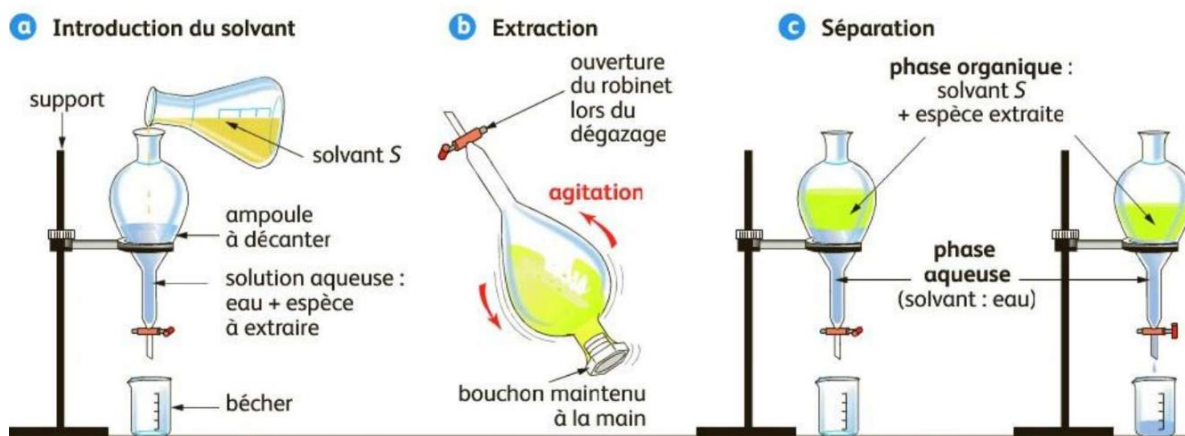
- sous vide à l'aide d'un entonnoir de Büchner et d'une fiole à vide, ce qui accélère la séparation et permet un meilleur essorage du solide.



C. Décantation

La décantation permet de séparer deux phases liquides non miscibles, généralement une phase aqueuse et une phase organique. Après agitation et dégazage, les phases se séparent par différence de densité et sont récupérées séparément.

Les différentes étapes



D. Séchage

Après extraction, la phase organique contient souvent des traces d'eau. Le séchage consiste à éliminer cette eau à l'aide d'un agent desséchant solide (MgSO_4 , Na_2SO_4 , CaCl_2). Le desséchant est ensuite éliminé par filtration.

2. Purification des produits

Après séparation, la purification dépend de l'état physique du produit :

- Les **liquides** sont purifiés par **distillation** simple ou fractionnée selon la proximité des températures d'ébullition.
- Les **solides** sont purifiés par **recristallisation**, technique fondée sur la différence de solubilité du produit et des impuretés dans un solvant approprié.

A. Distillation

La distillation est une technique de séparation et de purification des liquides basée sur la différence de leurs températures d'ébullition. Elle consiste à chauffer un mélange afin de vaporiser le constituant le plus volatil, puis à condenser cette vapeur pour le récupérer sous forme liquide.

B. Recristallisation

Les substances cristallisées, que l'on recueille, à l'état brut, à la fin d'une réaction, contiennent généralement des impuretés. Une recristallisation sert à purifier un produit brut obtenu lors d'une synthèse.

Faire recristalliser une substance brute, consiste dans les cas les plus simples à la dissoudre dans la quantité minimum d'un solvant choisi, à son point d'ébullition et à laisser refroidir la solution qui donne des cristaux purs. La purification des solides par recristallisation est basée sur leurs différences de solubilité dans un solvant bien choisi.

III. Analyse et identification des produits

La dernière étape vise à vérifier que le composé obtenu est bien celui attendu et qu'il est suffisamment pur. Pour cela, on mesure des constantes physiques caractéristiques :

- le **point de fusion** pour les solides,
- le **point d'ébullition** pour les liquides.



Le banc Kofler ou table chauffante de Kofler, est un appareil de mesure permettant d'estimer **la température de fusion** d'une matière

Ces valeurs sont comparées aux données de la littérature. Lorsque le matériel est disponible, des techniques spectroscopiques (UV-visible, IR, RMN) peuvent compléter l'identification et confirmer la structure du produit synthétisé.

❖ Comment rédiger le compte rendu du TP

Pour rédiger un compte rendu de TP structuré, clair et scientifiquement correct, l'étudiant doit suivre certaines règles de présentation, qui sont résumées ci-dessous :

- **Page de garde**
- **Introduction** : Présentation du principe et de l'objectif du TP, en expliquant le concept chimique abordé.
- **Mode opératoire** : Description claire et complète des manipulations effectuées.
- **Résultats et discussions** : Réponse aux questions, présentation des graphes, tableaux et calculs avec unités et incertitudes.
- **Conclusion** : Critique des résultats, comparaison avec d'autres résultats, et analyse de la cohérence entre théorie et pratique.

TP N° 1

Synthèse d'un conservateur alimentaire

I. Introduction

L'objectif de ce TP est de réaliser la **synthèse de l'acide benzoïque** par l'oxydation de l'alcool benzylique, et de déterminer son rendement.

- L'acide benzoïque de formule chimique $C_6H_5 - COOH$ (E210) est un conservateur alimentaire largement utilisé pour inhiber la croissance des moisissures, levures et certaines bactéries, préservant ainsi la qualité des aliments acides comme les boissons gazeuses, sirops ou confitures. Il est généralement obtenu industriellement par oxydation partielle de l'alcool benzylique mais peut être synthétisé au laboratoire à partir de l'alcool benzylique oxydé par du permanganate de potassium ($KMnO_4$).

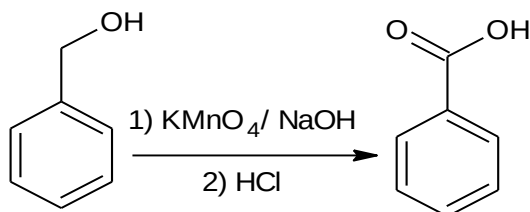


II. Principe

On oxyde l'alcool benzylique avec du permanganate en milieu basique et sous reflux, formant l'ion benzoate et du MnO_2 .

Après acidification, l'acide benzoïque précipite, puis est cristallisé, filtré et séché.

NB: La réaction peut être catalysée par les acides



III. Matériel et produits nécessaires :

- **Matériel** : Ballon de 250 mL, Réfrigérant, Chauffe ballon, Grains de pierre ponce, Büchner, Fiole à vide, Bécher, Éprouvette, Pipette graduée, Papier filtre.
- **Produits** : Alcool benzylique, Permanganate de potassium, Acide chlorhydrique, Eau distillée

IV. Mode opératoire :

1. Dans un ballon monocol de 250 mL, introduire 2,5 mL d'alcool benzylique, puis **20 mL d'une solution aqueuse de soude (NaOH) à 10%**.
2. Ajouter quelques grains de pierre ponce pour réguler l'ébullition.
3. Verser progressivement 150 mL d'une solution aqueuse de permanganate de potassium (KMnO_4 , $0,25 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$) tout en maintenant une ébullition douce.
4. Lorsque l'addition est terminée, poursuivre l'ébullition douce pendant **45 minutes**.
5. Couper le chauffage tout en maintenant la circulation d'eau et laisser refroidir.
6. Réduire l'excès d'ion permanganate en ajoutant quelques millilitres d'éthanol jusqu'à disparition presque complète de la teinte violette.
7. Refroidir le ballon dans un bain d'eau froide.
8. Filtrer le mélange obtenu sur Büchner et recueillir le filtrat.
9. Verser le filtrat dans un erlenmeyer placé dans un cristalliseur contenant de la glace pilée.
10. Ajouter délicatement une **solution concentrée d'acide chlorhydrique** jusqu'à $\text{pH}=1-2$ et précipitation de l'acide benzoïque (précipité blanc).
11. Filtrer le précipité sur Büchner, laver plusieurs fois à l'eau glacée.
12. Transférer le solide sec dans un verre de montre, sécher soigneusement, puis le peser.



Données :

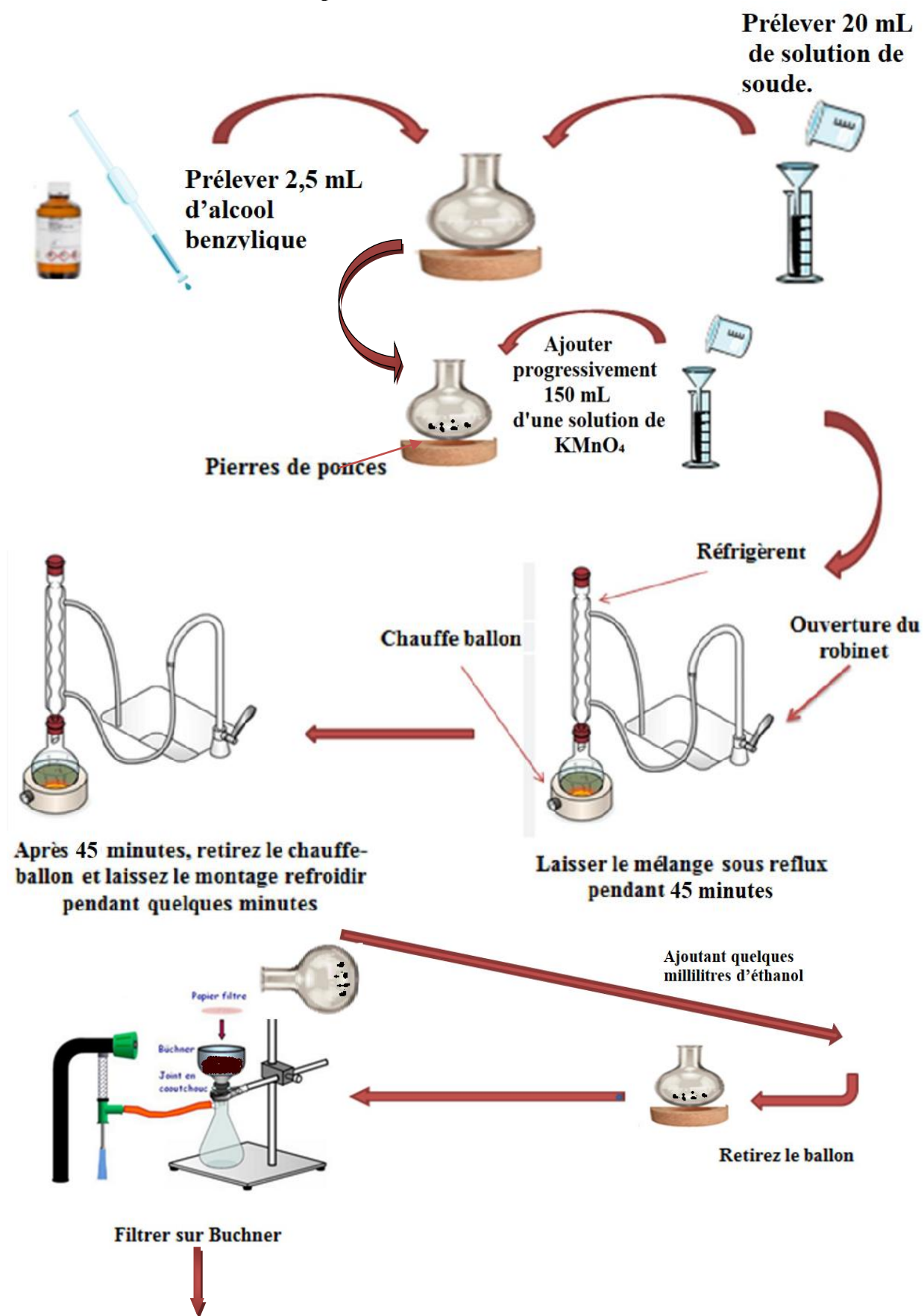
- **Masses molaires :**
 - Permanganate de potassium KMnO_4 : $M = 158,0 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$
 - Alcool benzylique $\text{C}_6\text{H}_5 - \text{CH}_2\text{OH}$: $M = 108,0 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$
 - Acide benzoïque $\text{C}_6\text{H}_5 - \text{COOH}$: $M = 122,0 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$
- **Masse volumique de l'alcool benzylique :** $\rho = 1,04 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$

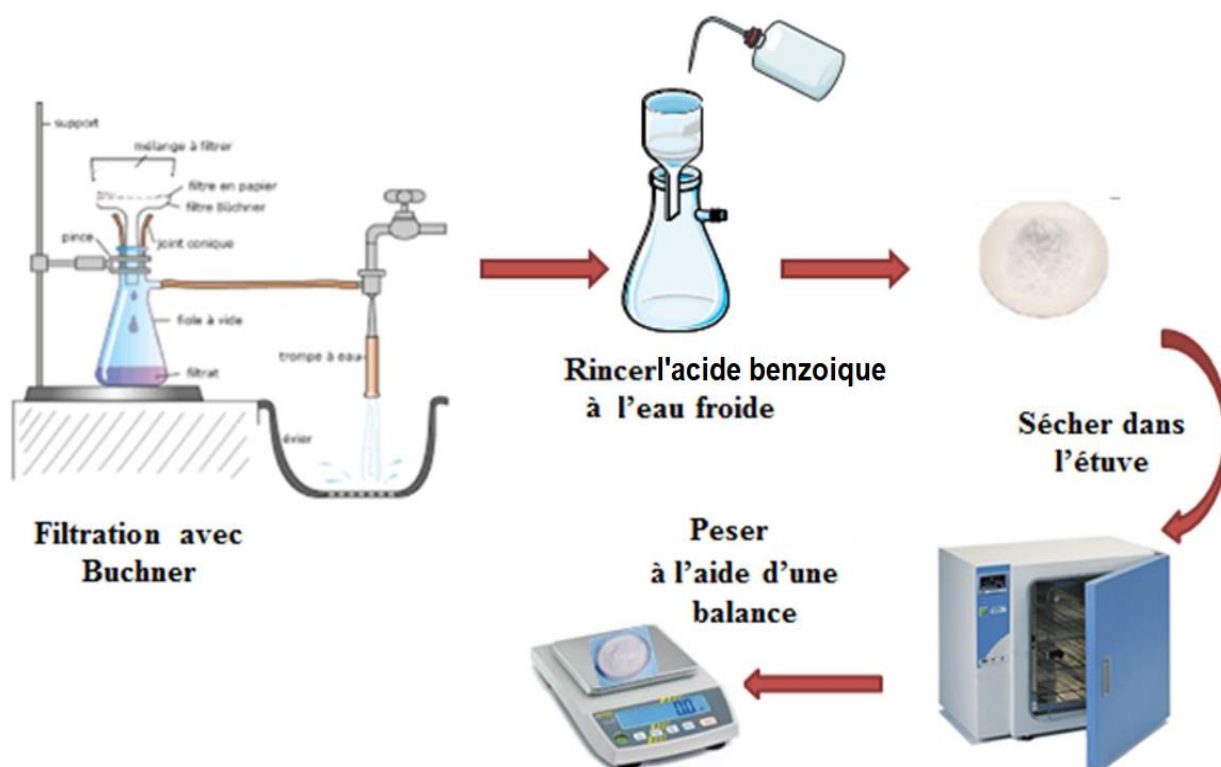
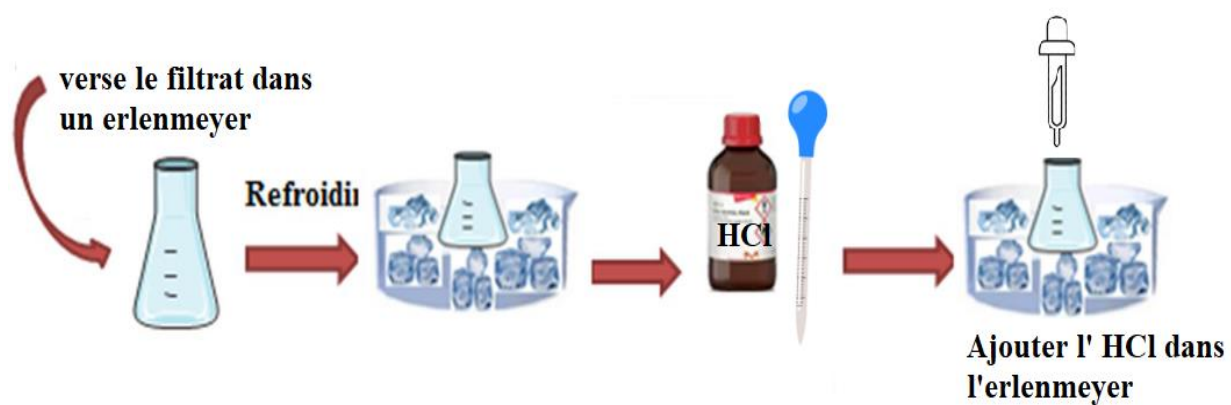
Attention

La synthèse nécessite le port de gants et lunettes notamment pour les préparations des réactifs surlignés en gras.



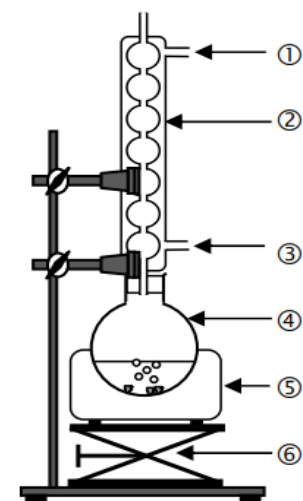
Schéma détaillé du mode opératoire



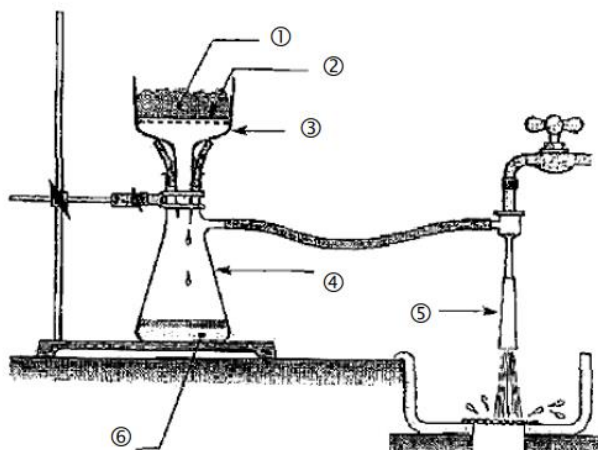


V. Questions :

1. Nommer les parties ① à ⑥ du montage de chauffage à reflux et de montage de filtration ?



Chauffage à reflux



Filtration sur Büchner

2. Résumer les différentes étapes du mode opératoire de la synthèse ?
3. Pourquoi chauffe-t-on à reflux ?
4. Quel est le rôle du réfrigérant ? Que se passerait-il en son absence ?
5. Écrire les demi-équations d'oxydo-réduction et l'équation globale de la réaction ?
6. Préciser le rôle de l'éthanol ajouté après l'oxydation, et expliquez pourquoi on ajoute l'acide chlorhydrique à la fin. Écrivez l'équation-bilan des deux réactions.
7. Justifier le refroidissement dans un bain de glace lors de la précipitation et expliquer pourquoi on rince les cristaux à l'eau glacée.
8. Calculer les quantités initiales des réactifs et déterminer le réactif limitant.
9. Déterminer la masse et le rendement de la synthèse, puis commenter le résultat.

TP N° 2

Extraction liquide- liquide

I. Introduction :

L'extraction est l'une des méthodes les plus utilisées en analyse pour séparer les constituants d'un mélange. Elle repose sur la différence d'affinité d'un soluté pour deux phases liquides non miscibles. Dans ce TP, nous avons abordé le principe de l'extraction liquide-liquide, qui consiste à transférer un soluté d'une phase liquide vers une autre phase liquide non miscible à la première.

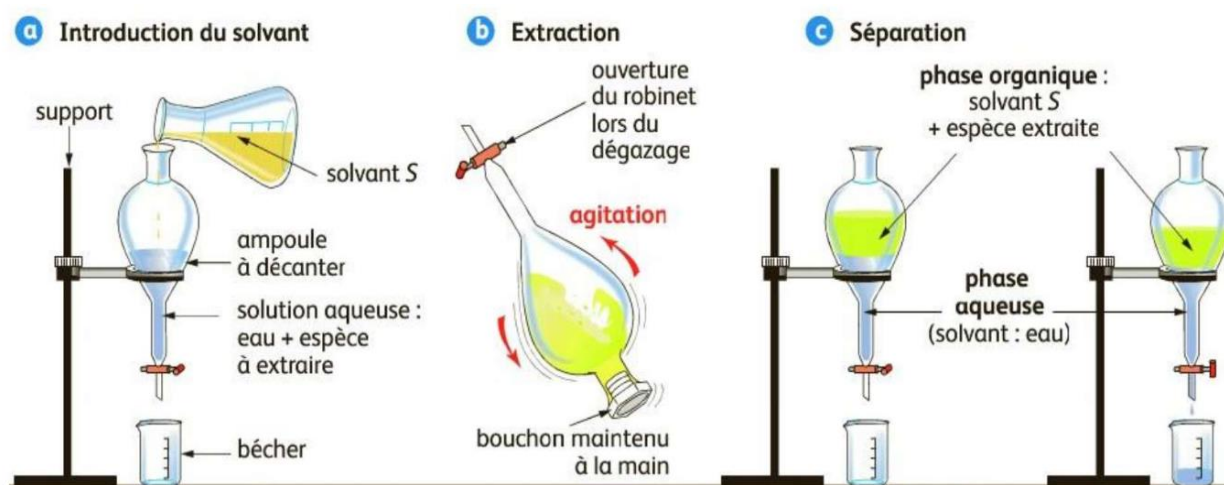
But

Réaliser deux applications de l'extraction liquide-liquide afin de comprendre son principe et sa mise en œuvre :

1. Séparer l'acide benzoïque d'un composé neutre par extraction acido-basique.
2. Isoler la caféine contenue dans le thé par extraction avec un solvant organique.

II. Matériels utilisés :

Ampoule à décanter / Bouchon / Anneau (support de l'ampoule) / statif / Entonnoir / Becher ou erlenmeyer



III. Mode opératoire

A. Partie 1 : Séparation de l'acide benzoïque :

- Peser **1 g** d'acide benzoïque pur et le placer dans un bécher (250 mL).
- Ajouter **50,0 mL** de dichlorométhane (DCM) et agiter jusqu'à dissolution complète.
- Verser la solution dans une ampoule à décanter
- Ajouter **20,0 mL** de solution de NaOH 1,00 M, puis **10,0 mL** d'eau.
- Agiter doucement pendant 30 à 45 secondes, en dégazant régulièrement.
- Laisser décanter et séparer les phases :

Phase aqueuse basique (haut) : contient l'ion benzoate

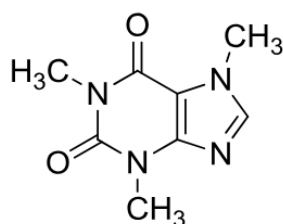
Phase organique (bas) : contient uniquement le dichlorométhane.

- Transférer la phase aqueuse dans un bécher propre et placer sur bain de glace.
- Ajouter **progressivement** de l'HCl concentrée.
- Laisser reposer le bécher dans le bain de glace pendant 10 minutes.
- Filtrer, laver à l'eau froide, sécher et peser le solide récupéré.

B. Partie 2 : Extraction de la caféine du thé

Principe

La caféine, alcaloïde stimulant présent dans le café, le thé et d'autres plantes, peut être isolée par extraction liquide-liquide. Dans ce TP, elle est extraite d'une infusion de thé noir à l'aide d'un solvant organique non miscible à l'eau, le dichlorométhane.



caféine

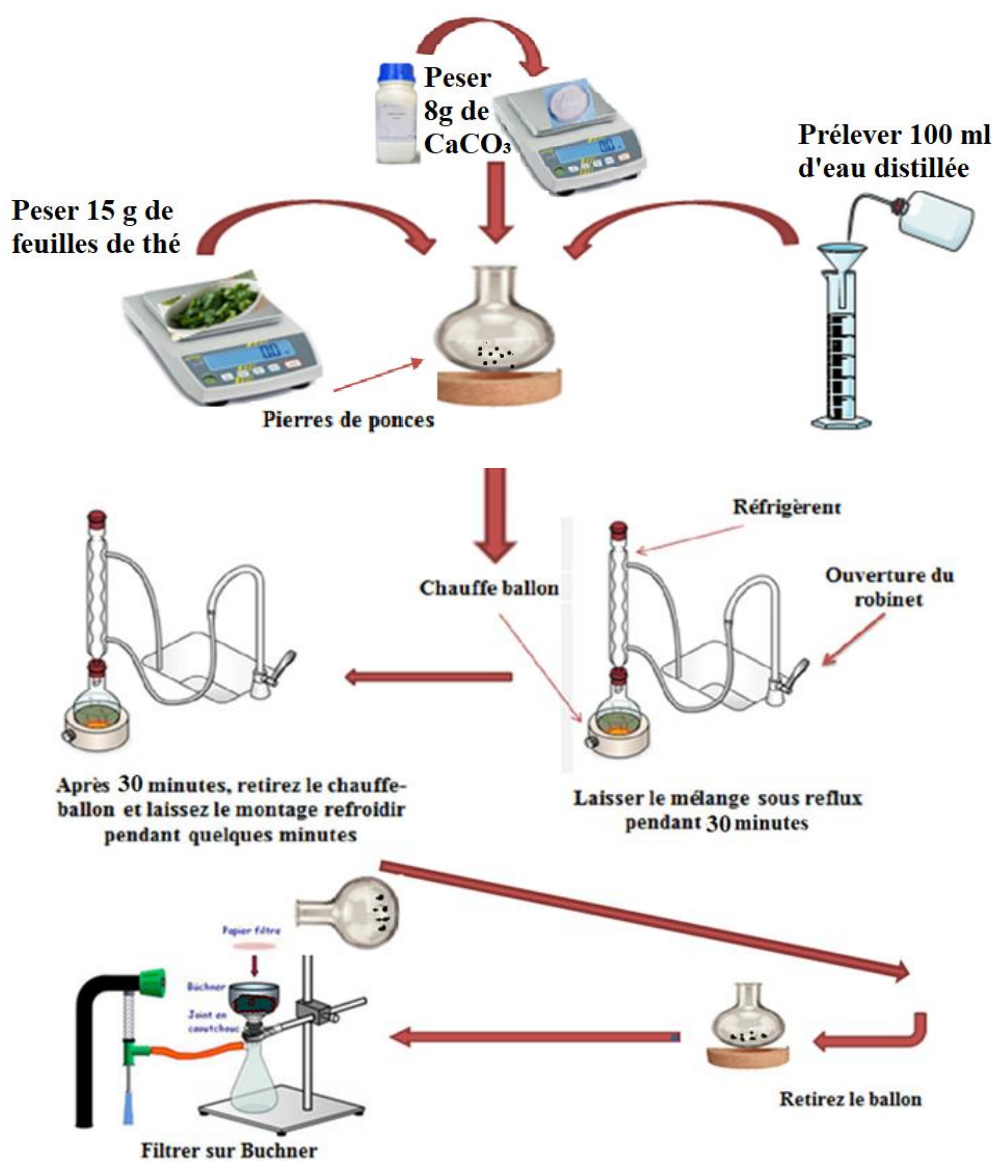
Mode opératoire

- Dans un **ballon de 250 mL**, introduire **15 g de feuilles de thé** (broyées), **8 g de carbonate de sodum**, **150 mL d'eau distillée**. Ajouter **quelques grains des pierres ponce**
- Chauffer doucement **sous reflux pendant 30 minutes**, puis **filtrer** le mélange

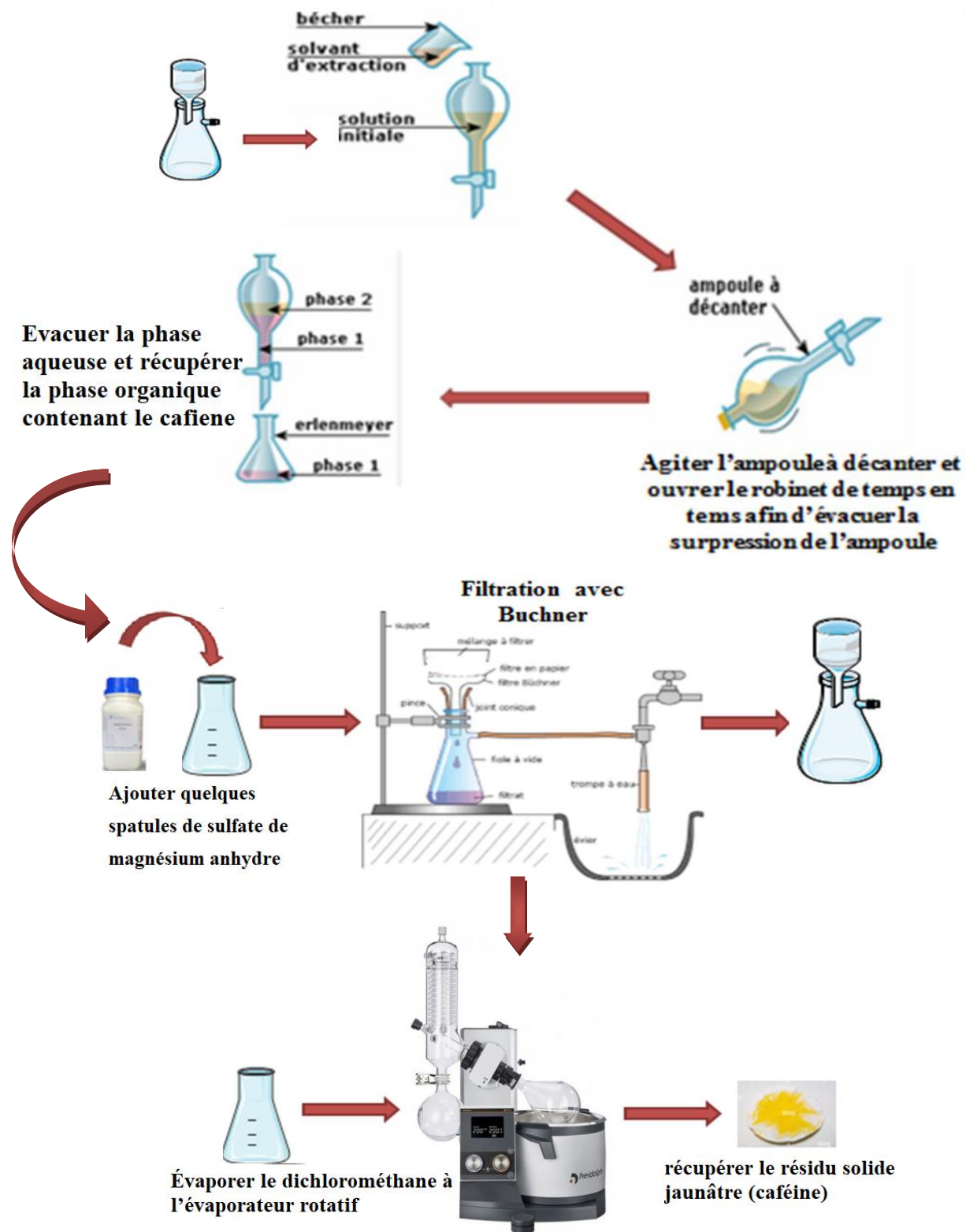
- Verser le filtrat dans une **ampoule à décanter**. Ajouter **20 mL de dichlorométhane**,
- Récupérer la phase organique dans un bécher
- Répéter l'extraction **deux fois**
- Ajouter quelques spatules de **sulfate de magnésium anhydre** (MgSO_4).
- Filtrer afin d'éliminer le desséchant (sulfate de magnésium anhydre).
- Évaporer le dichlorométhane à l'évaporateur rotatif.
- Le **résidu solide jaunâtre** obtenu correspond à la **caféine extraite**.

Schéma détaillé du mode opératoire :

1^{ère} étape :



2^{ème} étape :



IV. Questions :

Partie 1 : Séparation de l'acide benzoïque

1. Quelle est le rôle du NaOH?
2. Écrivez l'équation chimique de la réaction entre l'acide benzoïque et la soude (NaOH).
3. Pourquoi faut-il acidifier la phase aqueuse après l'extraction basique ?
4. Quelle est la phase qui contient l'acide benzoïque avant acidification? Justifiez.

Partie 2 : Extraction de la caféine du thé

5. Pourquoi utilise-t-on le dichlorométhane comme solvant d'extraction ?
 6. Pourquoi est-il préférable de faire plusieurs extractions?
 7. Quelle est la phase organique dans l'extraction de la caféine : la phase supérieure ou inférieure ? Expliquez.
 8. Quel est le rôle du sulfate de magnésium anhydre à la fin de l'extraction ?
 9. Calculer le rendement, déterminer le point de fusion.
- Comparez les deux extractions réalisées (acide benzoïque, caféine)

Question de recherche : Citez un autre exemple de boisson ou de plante à partir de laquelle on peut extraire la caféine par la même méthode, puis mentionnez quelques propriétés médicinales attribuées au café.

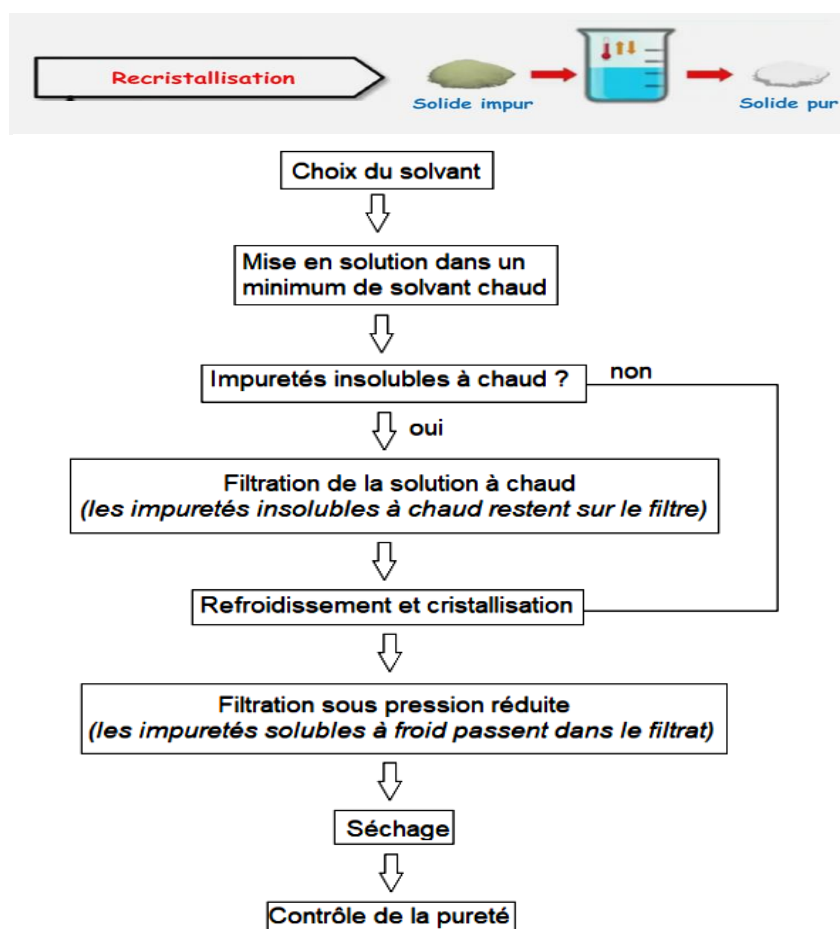
TP N° 3

Recristallisation de l'acide benzoïque

I. Introduction :

Les produits obtenus par **synthèse organique ou par extraction**, comme l'**acide benzoïque et la caféine**, ne sont pas toujours purs et contiennent souvent des impuretés. Pour les purifier, on a recours à la recristallisation, l'une des techniques les plus couramment utilisées pour purifier les solides organiques. Elle repose sur la différence de solubilité entre le composé à purifier et ses impuretés selon la température : le produit est généralement soluble à chaud mais peu soluble à froid, tandis que les impuretés restent dissoutes ou insolubles. Le procédé consiste à dissoudre le solide brut dans un minimum de solvant chaud et éliminer les impuretés insolubles par filtration à chaud, puis à refroidir lentement la solution pour favoriser la formation de cristaux purs. Une nouvelle filtration permet d'isoler le produit recristallisé et de le débarrasser de ses impuretés. Dans ce TP, nous appliquerons cette méthode à l'acide benzoïque, afin d'obtenir un produit purifié dont nous déterminerons le rendement et le point de fusion.

Principe :



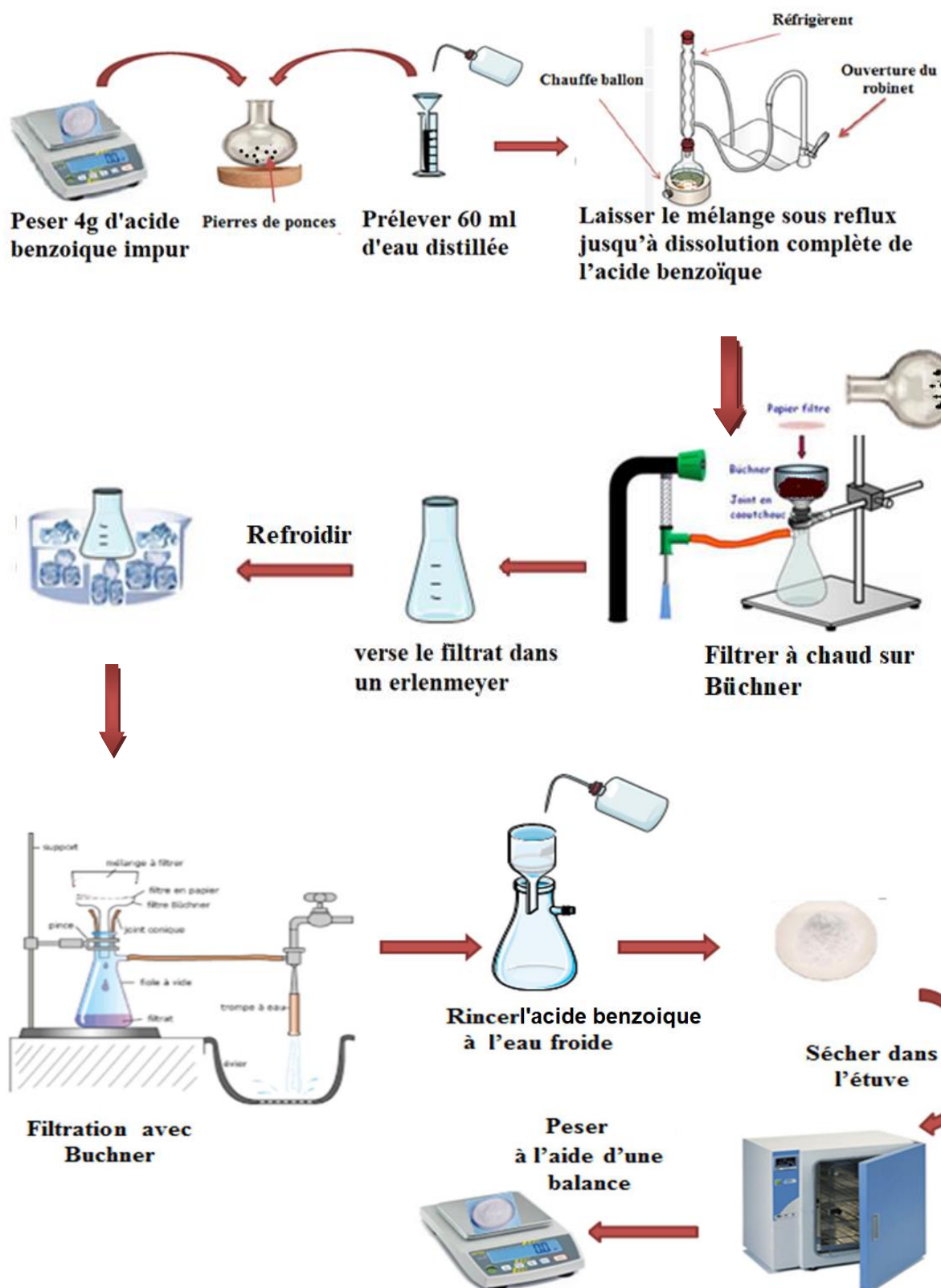
II. Matériel et produits nécessaires :

Matériels	Produits
• Ballon (250 mL) • Réfrigérant • Plaque chauffante • Büchner + fiole à vide • Papier filtre • Éprouvette	• Acide benzoïque • Eau distillée • Eau glacée

III. Mode opératoire :

1. Introduire **4 g d'acide benzoïque brut** et **60 mL d'eau distillée** dans un ballon de 250 mL muni d'un barreau aimanté.
2. Mettre le ballon en place dans un **montage à reflux**.
3. Chauffer jusqu'à **ébullition du solvant** et dissolution complète de l'acide benzoïque.
4. Réaliser une **filtration à chaud** de la solution à l'aide d'un filtre Büchner, en utilisant la pompe à vide.
5. Laisser le **filtrat refroidir lentement** à température ambiante.
6. Placer ensuite la fiole dans un **bain de glace** afin de favoriser la recristallisation.
7. Une fois les cristaux formés, les **filtrer sous vide**.
8. Sécher le produit dans un **dessiccateur** contenant du chlorure de calcium anhydre.
9. **Peser** le produit recristallisé obtenu et mesurer son point de fusion.

Schéma détaillé du mode opératoire



IV. Question :

1. Pourquoi doit-on choisir un solvant spécifique pour la recristallisation ?
2. Quelle est le rôle de la filtration à chaud ? Expliquer le rôle de chaque étape ?
3. Pourquoi le refroidissement lent est-il préférable avant de placer dans un bain de glace ?
4. Comment le point de fusion permet-il de vérifier la pureté du produit ?
5. Quelle est la différence entre rendement de recristallisation et rendement de synthèse ?

Données :

<i>Espèce Chimique</i>	<i>Alcool Benzylique</i>	<i>Benzoate de Sodium</i>	<i>Acide benzoïque</i>	<i>Permanganate de potassium</i>
<i>Solubilité dans L'eau</i>	Faible	Grande	Faible	Grande
<i>Masse molaire</i>	108		122	158
<i>Densité</i>	1.05			

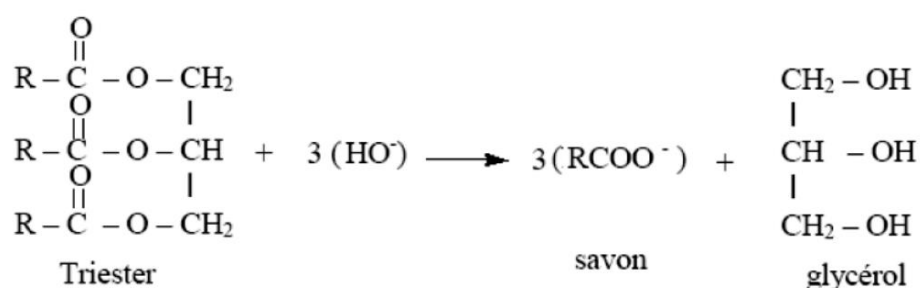
TP N°4

Synthèse du Savon

I. Introduction

L'huile de tournesol étant une source riche en acide linoléique, le triester majoritaire est la **trilinoléine (triglycéride de l'acide linoléique)**.

Les savons sont obtenus par réaction de **saponification** de **triesters** appelés corps gras ou **triglycérides**. L'action de l'hydroxyde de sodium (soude NaOH) ou de potassium (potasse) sur le triester conduit à un carboxylate de sodium (ou de potassium) constituant le savon et à du propan-1,2,3-triol (glycérol) :



Équation de la réaction (utilisant la trilinoléine, R : C₁₇ H₃₁)

But: Synthèse d'un savon à partir d'une huile alimentaire et mettre en évidence quelques propriétés du savon.

II. Matériel et produits nécessaires :

- **Matériel commun :** Ballon de 250 mL, Réfrigérant, Chauffe ballon, Grains de pierre ponce, Büchner, Fiole à vide, Bécher, Éprouvette, Pipette graduée, Papier filtre.
- **Produits :**
 - Huile d'alimentaire
 - Hydroxyde de sodium (NaOH) (Soude)
 - Éthanol
 - Chlorure de sodium (NaCl)
 - Eau distillée

III. Mode opératoire :

1 ère étape : Synthèse du savon (Chauffage à reflux)

1. Dans un ballon de 250 mL, introduire à l'aide d'éprouvettes graduées :
 - **20 mL de soude** concentrée (Solution d'Hydroxyde de sodium, NaOH à 4 mol/L).
 - **15 mL d'huile de tournesol** (huile alimentaire).
 - **20 mL d'éthanol**.
2. Rajouter quelques grains de pierre ponce.
3. Réaliser un montage à reflux puis chauffer pendant 30 mn, sans dépasser 90°C.

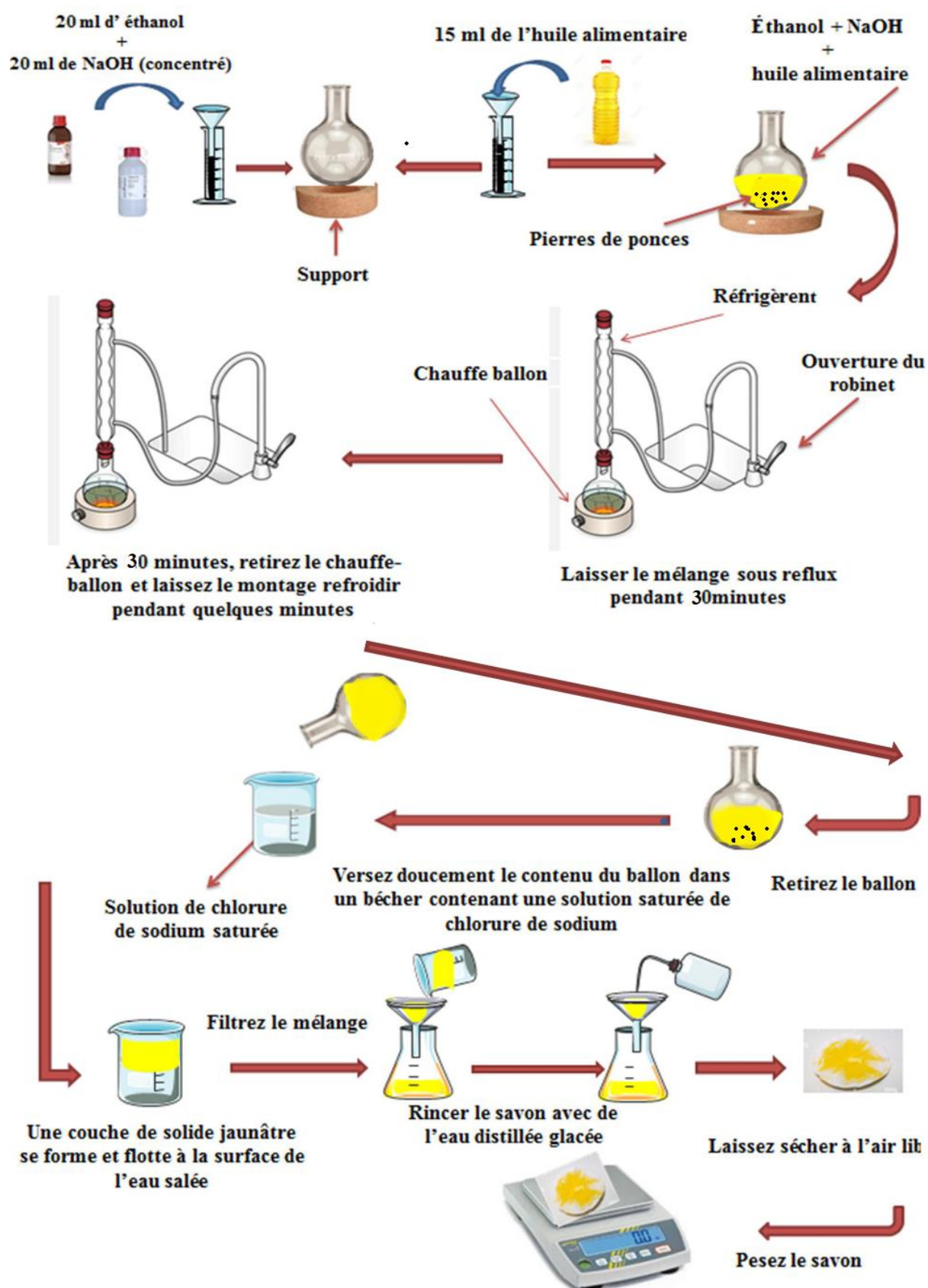
2 ème étape : Séparation du savon (Relargage)

4. À la fin du chauffage, verser le contenu du ballon dans un Bécher contenant une **solution saturée de chlorure de sodium** (par exemple : 20 g de NaCl dans 100 mL d'eau). On observe la formation d'une couche d'un solide jaunâtre (le savon) qui flotte à la surface de l'eau salée : c'est le **précipité de savon** (Relargage).

3 ème étape : Filtration et Purification

5. Filtrer le mélange à l'aide d'un **filtre Büchner** de grand diamètre. Laver le savon, encore dans le filtre Büchner, avec de l'**eau glacée**. Mesurer le pH du filtrat. Laisser sécher le savon (lui donner forme en le mettant dans un moule).

Schéma détaillé du mode opératoire :



IV. Questions:

1. Résumer les différentes étapes du mode opératoire ?
2. Quel est le rôle de l'éthanol?
3. A quoi sert la pierre ponce ?
4. Quelles sont les espèces chimiques présentes dans le ballon après le chauffage ?
5. Pourquoi **laver le savon à l'eau glacée** après la filtration ?
6. Pourquoi faut-il **mesurer le pH du filtrat** ?
7. Calculer la **masse d'huile (oléine)** utilisée $\rho = 890 \text{ g/L}$?
8. À partir de l'équation-bilan de la saponification, écrire une relation entre n_{huile} et n_{savon}
9. Calculer la masse maximale m_{savon} de savon que l'on peut espérer obtenir sachant que la soude est en excès. En déduire le rendement de la réaction.

On donne : $M(\text{soude NaOH}) = 40 \text{ g/mol}$, $M(\text{oléine}) = 884 \text{ g/mol}$; $M(\text{oléate de sodium}) = 304 \text{ g/mol}$.

TP N°5

Distillation

I. Introduction :

La distillation est une méthode essentielle en chimie, permettant de séparer et de purifier les différents constituants d'un mélange liquide selon leur point d'ébullition. Elle consiste à chauffer le mélange afin de vaporiser les composants les plus volatils, puis à condenser ces vapeurs pour récupérer les substances purifiées. La distillation simple convient lorsque les points d'ébullition des composants sont largement différents, tandis que la distillation fractionnée, utilisant une colonne de fractionnement, est privilégiée pour les substances aux points d'ébullition proches afin d'optimiser la séparation.

Principe

Les étapes fondamentales du processus de distillation :

Chauffage: Le mélange à séparer est chauffé.

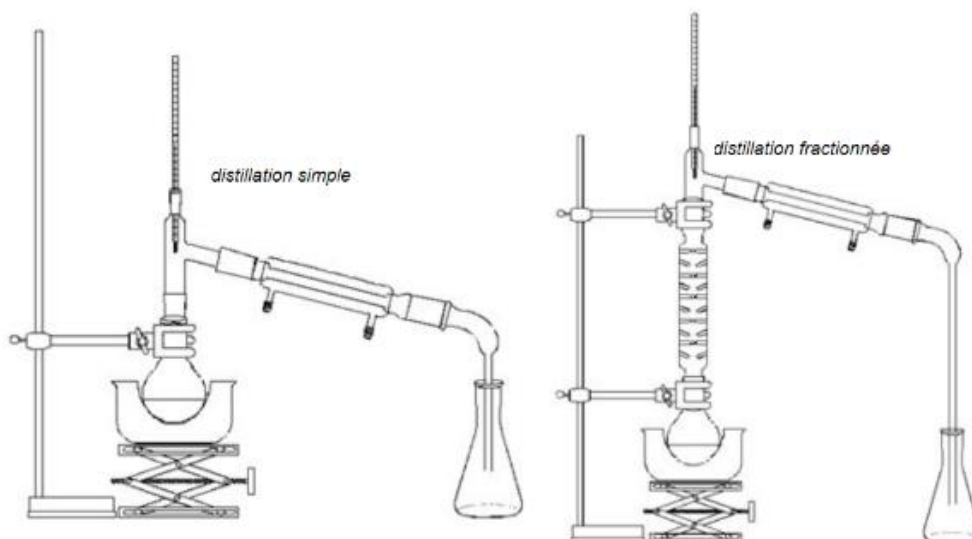
Évaporation: Les constituants les plus volatils du mélange s'évaporent en premier, formant une vapeur.

Condensation: La vapeur est ensuite refroidie, ce qui provoque la condensation des vapeurs et la formation d'un liquide appelé distillat.

Récupération: Le distillat est recueilli dans un récipient séparé.

II. Types de distillation

- **Distillation simple :** Cette technique est utilisée pour séparer des liquides dont les points d'ébullition diffèrent d'au moins 25 °C.
- **Distillation fractionnée :** Elle est employée lorsque les points d'ébullition des composants sont proches. Une colonne de fractionnement, telle que la colonne de Vigreux, est placée entre le ballon et le réfrigérant. Cette colonne permet aux vapeurs de se condenser et de se revaporer plusieurs fois, ce qui améliore considérablement la séparation des composants.



III. Matériel et produits nécessaires :

Matériel : Ballon de 100 ml, éprouvette graduée, entonnoir, cristalliseur, réfrigérant droit, chauffe-ballon, support élévateur, thermomètre, pierre ponce

Produits : Acétone, eau distillée, glace

IV. Mode opératoire :

1. Préparation initiale

- Pesez l'éprouvette graduée et notez sa masse.
- Versez 20 mL d'acétone et 15 mL d'eau distillée dans un ballon, puis ajoutez quelques grains de pierre ponce pour prévenir une ébullition trop violente.

2. Montage de la distillation

- Fixez la tête de distillation sur le ballon et connectez-la à un réfrigérant droit dirigé vers une éprouvette graduée placée dans un bain d'eau glacée.
- Utilisez une allonge coudée pour guider le distillat vers l'éprouvette.
- Placez un thermomètre à l'entrée du réfrigérant afin de surveiller la température des vapeurs.

3. Procédure de distillation

- Faites circuler l'eau dans le condenseur et maintenez ce flux tout au long de l'expérience.
- Chauffez doucement le mélange à l'aide d'un chauffe-ballon sur un support élévateur, en visant une ébullition lente (environ une goutte par seconde).
- Surveillez attentivement la température à la tête de colonne pendant toute la distillation.

4. Collecte des fractions

- Dès le début de la distillation, la température doit se stabiliser à celle d'ébullition de l'acétone.
- Lorsque l'acétone est entièrement distillée, signalée par une montée rapide de la température et l'arrêt de l'écoulement, retirez le récepteur contenant l'acétone et remplacez-le par une seconde éprouvette pour recueillir la fraction suivante.
- Pesez l'éprouvette contenant l'acétone et calculez sa masse.
- Lorsque la température atteint à nouveau environ 100 °C, installez un troisième récipient pour collecter l'eau distillée.
- À la fin de la distillation, pesez l'éprouvette contenant l'eau et calculez la masse d'eau recueillie.

V. Données

Points d'Ébullition :

- Eau : 100°C à 1 atm (pression atmosphérique normale).
- Acétone : 56°C à 1 atm.

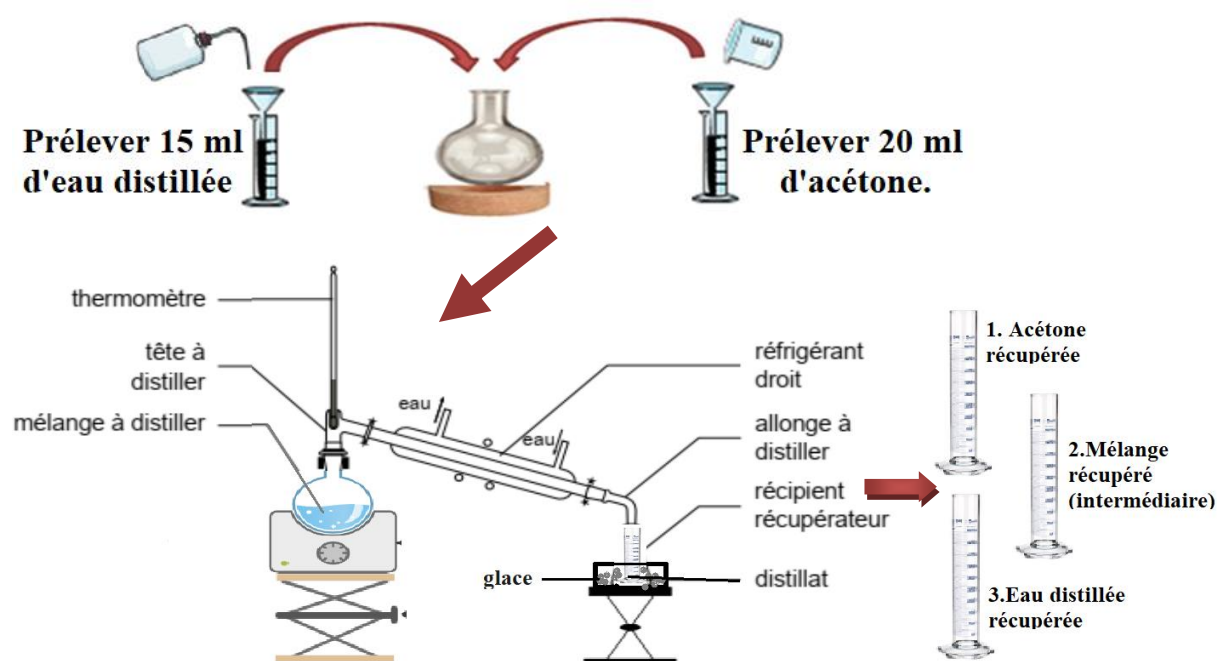
Masse Molaire :

- Eau : 18 g.mol
- Acétone : 58,08 g.mol

Masse Volumique

- Eau : 1,00 g/cm³
- Acétone : 0,79 g/ cm³

Schéma détaillé du mode opératoire :



VI. Questions

1. Réaliser un schéma précis du montage expérimental et indiquer le sens de circulation de l'eau dans le condenseur.
2. Expliquer la raison pour laquelle le mélange est chauffé.
3. Noter la température des vapeurs entrant dans le condenseur et commenter les observations.
4. Est-il possible de placer le thermomètre directement dans le ballon plutôt qu'en tête de colonne ? Justifier votre réponse.
5. Décrire ce que l'on observe dans le réfrigérant pendant le chauffage et préciser le rôle du condenseur.
6. Expliquer pourquoi l'éprouvette contenant le distillat est placée dans un bain de glace.
7. Calculer la quantité initiale d'acétone utilisée ($n_{\text{acétone}}$, en mol).
8. Calculer la quantité initiale d'eau distillée utilisée (n_{eau} , en mol).
9. Déterminer le rendement (r) de la distillation à partir des masses recueillies.

TP N°6

Extraction des huiles essentielles de menthe



I. Introduction

Les huiles essentielles sont des substances naturelles volatiles extraites de plantes aromatiques. Elles sont largement utilisées dans les domaines pharmaceutique, cosmétique et agroalimentaire. La menthe est une plante riche en composés aromatiques, notamment le menthol, responsable de son odeur caractéristique. Ce travail pratique a pour objectif d'extraire l'huile essentielle de menthe par hydrodistillation et de se familiariser avec les techniques de distillation et de séparation utilisées en laboratoire.

II. Principe

Les huiles essentielles sont des mélanges de composés organiques volatils, principalement des **terpènes** et des **alcools terpéniques**.

La **menthe** contient principalement du **menthol**, du **menthone** et du **menthyl acétate**.

L'**hydrodistillation** consiste à chauffer la plante en présence d'eau. Les composés volatils sont entraînés par la vapeur d'eau, puis condensés. L'huile essentielle, non miscible à l'eau, est ensuite séparée par décantation.

III. Produits et matériels utilisés

Matériel : Ballon 500 mL , Chauffe-ballon , Réfrigérant , Ampoule à decanter 250 ml, Bécher, Thermomètre, Erlenmeyer, Éprouvette, Entonnoir

Produits : Feuilles de menthe fraîches, Eau distillée. Sulfate de sodium anhydre (agent de séchage), Ether diéthylique, chlorure de sodium.

IV. Mode opératoire

1 ère étape : Préparation et hydrodistillation

- Peser 100 g de feuilles de menthe et les introduire dans un ballon.
- Verser 300 mL d'eau distillée à l'aide d'une éprouvette graduée, puis ajouter quelques graines de pierre ponce.
- Réaliser le montage d'hydrodistillation et mettre en marche la circulation d'eau dans le réfrigérant.
- Porter le mélange à ébullition pendant environ 30 minutes, jusqu'à recueillir environ 100 mL de distillat dans un erlenmeyer.

2 ème étape: Extraction liquide-liquide

- Transférer le distillat dans une ampoule à décanter de 250 mL.
- Ajouter 10 mL d'éther diéthylique pour extraire l'huile essentielle.
- Agiter doucement en dégazant régulièrement, puis laisser reposer jusqu'à séparation des phases.

3 ème étape: Relargage et récupération de l'huile essentielle

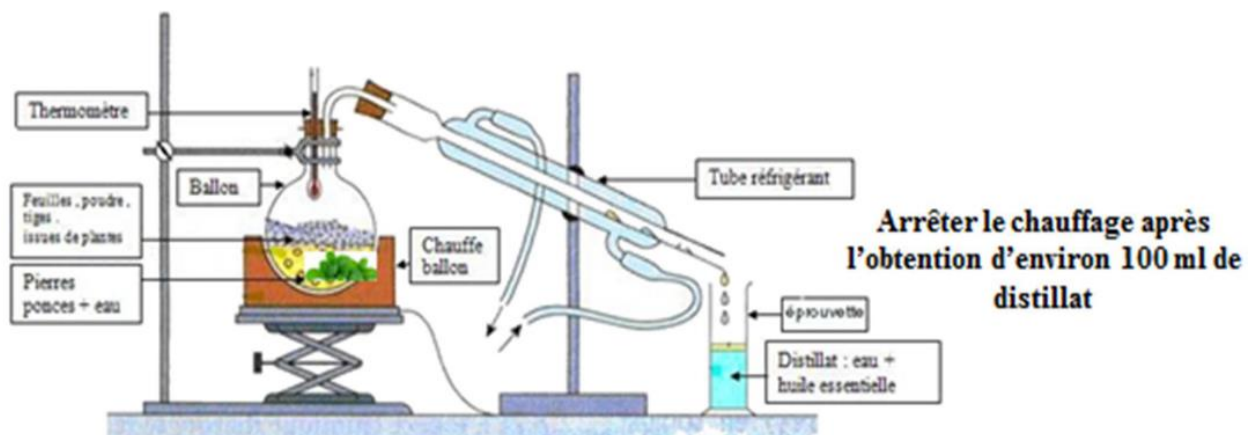
- Saturer la phase aqueuse inférieure par addition d'environ 2 g de chlorure de sodium (**NaCl**) pour faciliter la séparation des phases (relargage).
- Après séparation des deux phases, évacuer la phase aqueuse et récupérer la phase éthérée (organique) contenant l'huile essentielle de menthe.
- Refaire l'extraction **deux fois**.
- Ajouter progressivement une petite quantité de **sulfate de magnésium anhydre** (**MgSO₄**).
- Filtrer afin d'éliminer le desséchant.
- Évaporer l'éther diéthylique évaporateur rotatif.
- Noter le volume obtenu.
- Récupérer l'huile essentielle de menthe obtenue dans un flacon propre, sec (de préférence ambré) et bien fermé.

Schéma détaillé du mode opératoire :

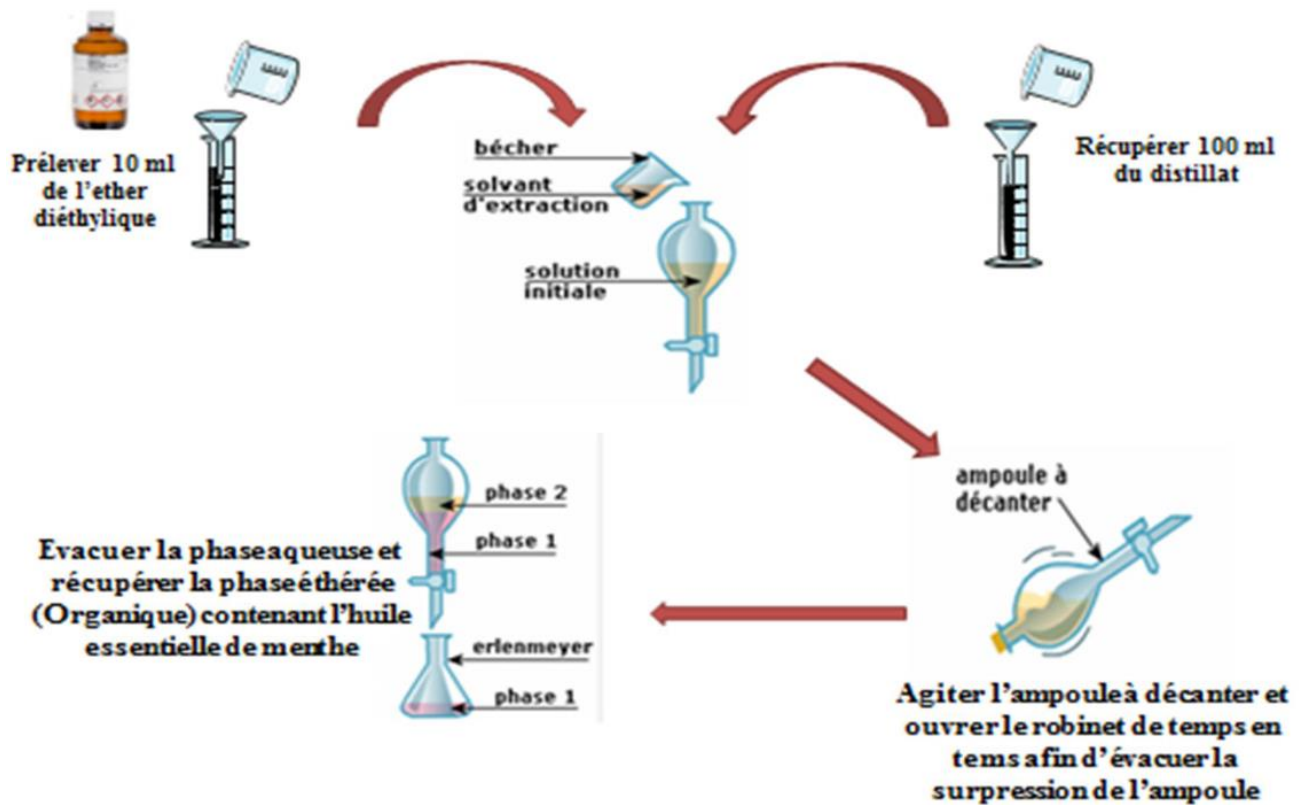
- 1^{ère} étape :



- Mettre en route la circulation d'eau dans le réfrigérant.
- Porter le mélange à ébullition pendant environ 30 min.



- 2^{ème} étape:



V. Questions

1. Dessiner le montage utilisé pour l'hydrodistillation des huiles essentielles de la menthe.
2. Quelle-est le principe de l'hydrodistillation ?
3. Quel est le rôle de l'eau dans cette extraction ?
4. Préciser le rôle du réfrigérant.
5. Préciser le but de relargage
6. Pourquoi on procède à la décantation ?
7. Faire le schéma de l'ampoule à décanter en indiquant dans quelle partie se trouve l'huile essentielle de menthe ?
8. Calculer le rendement de l'extraits préparer ?
9. Comment pourrait-on améliorer le rendement d'extraction ?

REFERENCES :

1. Vogel, A. I. (1974). *A text book of practical organic chemistry*.
2. Furniss, B. S., Hannaford, A. J., Smith, P. W., & Tatchell, A. R. (1989). Vogel's textbook of practical organic chemistry, ELBS.
3. Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S., & Engel, R. G. (1995). Organic Laboratory Techniques. *Brooks/Cole*.
4. Harwood, L. M., Moody, C. J., & Percy, J. M. (1999). *Experimental organic chemistry: standard and microscale* (pp. 524-525). Oxford: Blackwell science.
5. Shriner, R. L., Hermann, C. K., Morrill, T. C., Curtin, D. Y., & Fuson, R. C. (2003). *The systematic identification of organic compounds*. John Wiley & Sons.
6. Jones, D. L., Williamson, K. L., & Owen, A. G. (2006). Phytoremediation of landfill leachate. *Waste Management*, 26(8), 825-837.
7. McMurry, J., & Begley, T. (2006). *Chimie organique des processus biologiques*. De Boeck Supérieur.
8. Solomons, T. G., & Fryhle, C. B. (2008). *Organic chemistry*. John Wiley & Sons.
9. Rouessac, F., Rouessac, A., & Daniel Cruch . (2004). *Analyse chimique*. Dunod.
10. Guenther, E. (1950). The essential oils, Vol. 4. *I: History–origin in plants–production–analysis* (ed. Guenther, E.), 377-379.
11. Khia, A., Ghanmi, M., Satrani, B., Aafi, A., Aberchane, M., Quaboul, B., ... & Charrouf, Z. (2014). Effet de la provenance sur la qualité chimique et microbiologique des huiles essentielles de *Rosmarinus officinalis* L. du Maroc. *Phytothérapie*, 12(6), 341-347.
12. Boukedjar Rezkia, B. I. (2021). *Extraction et caractérisation physico-chimique de l'huile essentielle de la plante Peganum harmala* (Doctoral dissertation).
13. Boukhatem, M. N., Hamaidi, M. S., & Saidi, F. (2010). Extraction, composition et propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle du Géranium Rosat (*Pelargonium graveolens* L.) cultivé dans (1)(2) Résumé la plaine de Mitidja (Algérie). *Revue nature et technologie*, 2(2), 37-45.

Annexe

TP 01. Synthèse d'un conservateur alimentaire:



❖ Hydroxyde de sodium NaOH : corrosif

L'hydroxyde de sodium est un produit dangereux, non par sa toxicité métabolique; mais plutôt parce qu'il est extrêmement corrosif dès 0,5 % de concentration et son contact direct détruit les tissus organiques

Mention d'avertissement : Danger

Mentions de danger (H) :

- H314 : Provoque de graves brûlures de la peau et des lésions oculaires

Conseils de prudence (P) :

- P280 : Porter gants/lunettes/blouse
- P303+P361+P353 : Rincer la peau immédiatement
- P305+P351+P338 : Rincer les yeux soigneusement

Remarque : Substance très corrosive même à faible concentration (>0,5 %).



❖ Solution de permanganate de potassium (KMnO4) : Comburant



corrosif



toxique, irritant, sensibilisant, nécrotique



danger pour les milieux aquatiques.

Le permanganate de potassium est un oxydant très puissant. Il peut réagir violemment avec certaines substances réductrices, notamment la glycérine, en provoquant une réaction fortement exothermique pouvant entraîner une combustion spontanée.

Cette réaction peut générer une chaleur suffisante pour endommager le matériel (y compris la verrerie) et enflammer des substances inflammables à proximité.

Par ailleurs, le permanganate de potassium est corrosif : en cas de contact, il peut provoquer de graves lésions des muqueuses, de la peau et des yeux. En cas d'ingestion accidentelle, il peut entraîner des atteintes sévères du tube digestif

Mention d'avertissement : Danger

Mentions de danger (H) :

- H272 : Peut aggraver un incendie (comburant)
- H302 : Nocif en cas d'ingestion
- H314 : Brûlures cutanées graves
- H410 : Très toxique pour l'environnement aquatique

Conseils de prudence (P) :

- P220 : Éloigner des matières combustibles
- P273 : Éviter le rejet dans l'environnement
- P280 : Porter EPI (**Équipements de Protection Individuelle**)



❖ Acide chlorhydrique HCl : corrosif Nocif, irritant,
sensibilisant, ou provoque des effets narcotiques/vertiges.

L'acide chlorhydrique fortement concentré forme des vapeurs acides. Ces dernières et la solution d'acide ont toutes deux un effet corrosif sur les tissus humains, et peuvent endommager les organes respiratoires, les yeux, la peau et les intestins. L'ingestion d'acide chlorhydrique peut entraîner une perforation de l'estomac ou de l'œsophage, quelques jours après l'ingestion.

Mention d'avertissement : Danger

Mentions de danger (H) :

- H314 : Brûlures graves
- H335 : Irritation respiratoire

Conseils de prudence (P) :

- P260 : Ne pas inhaler
- P280 : Porter protections
- P304+P340 : Air libre en cas d'inhalation

TP N°02 : Extraction liquide-liquide (Acide benzoïque et Caféine)

❖ Hydroxyde de sodium (NaOH): Déjà mentionné dans le tp 1

❖ Acide chlorhydrique HCl : Déjà mentionné dans le tp 1



❖ **Dichlorométhane (CH₂Cl₂) :**

Danger pour la santé

irritant

*Le dichlorométhane est un solvant organique **toxique et volatil**. L'inhalation de ses vapeurs peut entraîner des étourdissements, des maux de tête et une irritation des voies respiratoires. Le contact avec la peau peut provoquer une irritation. Il est suspecté d'être cancérogène. Toute manipulation doit se faire sous hotte.*

Mention d'avertissement : Attention

Mentions de danger (H) :

- H315 : Irritation cutanée
- H336 : Somnolence/vertiges
- H351 : Suspecté cancérogène

Conseils de prudence (P) :

- P271 : Utiliser sous hotte
- P280 : Porter protections



❖ **Carbonate de sodium (Na₂CO₃) :**

irritant léger

Le carbonate de sodium est une base faible, généralement peu dangereuse. Toutefois, il peut provoquer une irritation des yeux, de la peau et des voies respiratoires, notamment sous forme de poussières.

Mention d'avertissement : Attention

Mentions de danger (H) :

- H319 : Provoque une sévère irritation des yeux

Conseils de prudence (P) :

- P264 : Se laver soigneusement les mains après manipulation
- P280 : Porter des gants de protection / des lunettes de protection
- P305 + P351 + P338 : EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX : rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si possible. Continuer à rincer
- P337 + P313 : Si l'irritation oculaire persiste : consulter un médecin

TP N° 3 : Recristallisation de l'acide benzoïque



❖ Acide benzoïque : Nocif, irritant, sensibilisant.

Mention d'avertissement : : Attention

Mentions de danger (H) :

- H302 : Nocif en cas d'ingestion
- H319 : Provoque une sévère irritation des yeux
- H315 : Provoque une irritation cutanée

Conseils de prudence (P) :

- P264 : Se laver soigneusement les mains après manipulation
- P280 : Porter des gants, blouse et lunettes de protection
- P301+P312 : En cas d'ingestion, appeler un centre antipoison ou un médecin
- P305+P351+P338 : En cas de contact avec les yeux, rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes

Remarque : Manipuler avec précaution, éviter tout contact avec la peau et les yeux. L'ingestion ou l'inhalation de poussières peut être nocive.

TP N°04 : Synthèse du Savon

❖ Hydroxyde de sodium (NaOH): *Déjà mentionné dans le tp 1*

TP N°06 : Extraction des huiles essentielles de menthe



❖ Éther diéthylique : très inflammable  Nocif, irritant, sensibilisant, provoque des effets narcotiques/vertiges.

L'éther diéthylique est un solvant extrêmement volatil et hautement inflammable. Ses vapeurs peuvent former avec l'air des mélanges explosifs, même à température ambiante. L'inhalation peut provoquer des vertiges, somnolence, maux de tête, et le contact avec la peau ou les yeux entraîne une irritation.

Manipulation strictement sous hotte, loin de toute flamme ou source de chaleur.

Mention d'avertissement : Danger

Mentions de danger (H) :

- H224 : Extrêmement inflammable
- H336 : Effets narcotiques

Conseils de prudence (P) :

- P210 : Éloigner des flammes
- P271 : Utiliser sous hotte



❖ **Huile essentielle de menthe :** **irritante**

L'huile essentielle de menthe est une substance concentrée. Le contact direct avec la peau peut provoquer une irritation ou une sensation de brûlure, et l'inhalation prolongée peut entraîner des maux de tête.

Éviter le contact direct et ne pas inhaler volontairement.

Mention d'avertissement : Attention

Mentions de danger (H) :

- H315 : Irritation cutanée
- H319 : Irritation oculaire

Conseils de prudence (P) :

- P264 : Se laver les mains
- P280 : Porter des gants