

Exercice 1 : Extraction du cinéol. (6 points)

Le cinéol, ou eucalyptol, peut être extrait de certains végétaux, notamment des feuilles d'eucalyptus. Cette espèce chimique est utilisée dans certaines spécialités pharmaceutiques, par exemple pour le traitement des infections des voies respiratoires. Pour extraire le cinéol, des feuilles d'eucalyptus broyées sont introduites dans un chaudron avec de l'eau distillée. Le mélange est chauffé à ébullition durant un quart d'heure. Une fois refroidi à température ambiante, le mélange est filtré. Le filtrat contient de l'eau et une huile essentielle d'eucalyptus. Celle-ci est essentiellement constituée de cinéol et en a les caractéristiques physiques.

Données :

• Caractéristiques physiques du cinéol : température de fusion : 2 °C, température d'ébullition : 176 °C, densité : $d = 0,92$,

Solubilités : peu soluble dans l'eau, soluble dans l'éthanol, soluble dans le cyclohexane.

.Le cyclohexane n'est pas miscible à l'eau contrairement à l'éthanol.

• Masse volumique de l'eau : $\rho_{\text{eau}} : 1,00 \text{ g.cm}^{-3}$. (Réponses à justifier)

1. a. D'après les données, le filtrat obtenu est-il un mélange homogène ou hétérogène ?

b. Ou se trouve le cinéol après décantation du filtrat ?

c. Quel est alors l'état physique du cinéol ?

2. a. Déterminer le volume d'huile essentielle obtenu si sa masse est $m = 20 \text{ g}$.

b. On veut récupérer le peu de cinéol présent dans l'eau à l'aide d'une extraction par solvant. Indiquer le solvant à utiliser et justifier ce choix, puis faire le schéma à la fin de l'expérience avec le matériel adéquat. Ce schéma sera légendé.

Exercice 2 : Suivi d'une purification par chromatographie sur couche mince (CCM) (5,0 points)

Les vertus médicinales du clou de girofle ont été mises à profit dès l'Antiquité. Leur compréhension scientifique impose d'isoler l'espèce chimique que contient cette plante et qui possède le même effet thérapeutique.

Cette espèce chimique s'appelle l'eugénol. Une extraction a permis d'obtenir une solution jaune pâle S d'huile essentielle de clous de girofles dans le dichlorométhane. La recherche de la présence d'eugénol, dans S, au moyen d'une analyse par CCM est effectuée en déposant côte à côte un échantillon de S et un échantillon de référence E d'eugénol.

1. Après migration la plaque est blanche. Quelle opération permet de lire le chromatogramme ?

2. Le chromatogramme alors obtenu est représenté sur la figure 1. Quelles informations donne-t-il ?

3. Pour isoler l'eugénol, une séparation par une série d'extractions liquide-liquide est effectuée.

Ces opérations produisent deux solutions différentes, notées A et B. Leur solvant est le dichlorométhane. Une CCM est effectuée pour savoir quelle solution A ou B conserver. Une plaque, ou des échantillons de S, de A, de B et de E ont été déposés, a conduit au chromatogramme représenté sur la figure 2. Quelle solution faut-il garder ? (à justifier)

4. Le rapport frontal d'une espèce chimique est une donnée qui dépend de l'éluant choisi. Prouver par un calcul que l'éluant choisi est le même dans les deux cas.

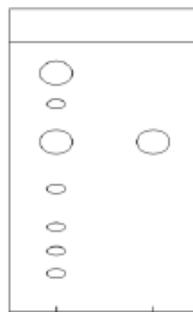


Figure 1 : CCM de l'huile essentielle (S) et de l'eugénol (E)

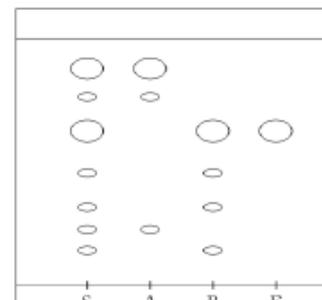
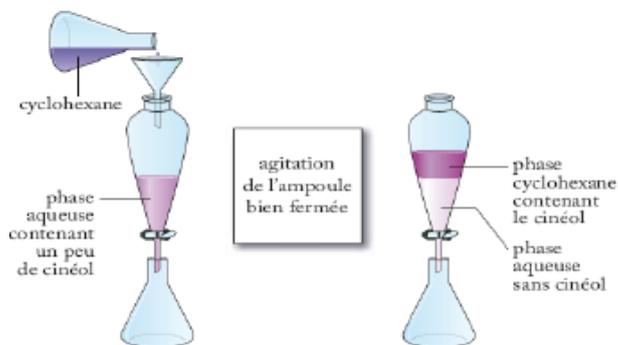


Figure 2 : CCM de l'huile essentielle (S), des extraits (A et B) et de l'eugénol (E)

Correction.

Exercice 1: Extraction du cinéol.

- a. Le mélange d'eau et de cinéol est hétérogène car le cinéol n'est que peu soluble dans l'eau.
- b. Le cinéol surnage au-dessus de l'eau car la densité du cinéol est inférieure à 1.
- c. Le cinéol est liquide car la température ambiante (voisine de 20 °C) est comprise entre son point de fusion et son point d'ébullition.



2. a. Le volume V de cinéol est donné par la relation $V = m / \rho_{\text{cinéol}}$ ou $\rho_{\text{cinéol}}$ est la masse volumique du cinéol donnée par $\rho_{\text{cinéol}} = \rho_{\text{eau}} \times d_{\text{cinéol}}$ soit $\rho_{\text{cinéol}} = 1,00 \times 0,92 = 0,92 \text{ g.cm}^{-3}$ d'où $V = 20 / 0,92 = 22 \text{ cm}^3$.

b. Pour récupérer une espèce chimique peu soluble dans l'eau, la technique d'extraction par solvant (extraction liquide-liquide) avec une ampoule à décanter est idéale. La solubilité du cinéol dans le solvant d'extraction doit être bonne, et le solvant ne doit pas être miscible avec l'eau. Parmi les solvants proposés, seul le cyclohexane vérifie ces deux conditions.

Après extraction deux phases liquides distinctes sont obtenues : la phase aqueuse et la phase contenant le cinéol en solution dans le cyclohexane.

Exercice 2 : Suivi d'une purification par chromatographie sur couche mince (CCM)

1. Un chromatogramme portant des espèces chimiques incolores doit être révélé, par exemple en le plaçant sous une lampe à U.V.
2. a. L'échantillon de référence et une des espèces chimiques de S migrent au même niveau : la solution S contient donc de l'eugénol.
b. La présence de nombreuses taches à la verticale du dépôt de S montre la présence d'autres espèces chimiques.
3. a. Une des espèces contenues dans la phase B migre au même niveau que l'échantillon d'eugénol de référence : la phase B contient donc de l'eugénol et doit être conservée.
b. Le chromatogramme montre que trois autres espèces chimiques présentes dans S ont été extraites en même temps que l'eugénol. Ce dernier est donc partiellement isolé.
c. C'est le principe actif de la plante ou du médicament.