

***Physique chimie terminale S
Fabrication d'un médicament à
base de plante : extraction-
identification***

Objectif d'apprentissage	Contenus
<p data-bbox="177 141 858 185">L'apprenant doit être capable de (d') :</p> <ul data-bbox="177 185 858 539" style="list-style-type: none"><li data-bbox="177 185 858 320">• Expliquer les différentes techniques d'extraction d'une espèce chimique<li data-bbox="177 320 858 539">• Identifier des groupes caractéristiques à partir du CCM et de l'IR	<ul data-bbox="858 141 1525 539" style="list-style-type: none"><li data-bbox="858 141 1525 275">• Technique d'extraction d'une espèce chimique par un solvant : infusion, décoction, etc.<li data-bbox="858 275 1525 539">• Technique d'identification d'une espèce chimique, Chromatographie sur Couche Mince (CCM), analyse spectrale IR

Chapitre II : Fabrication d'un médicament à base de plante : extraction- identification

I. Technique d'extraction d'une espèce chimique par un solvant	4
1. Extraction d'un liquide d'un solvant	4
2. Extraction d'un solide dissous dans un liquide	4
II. Technique d'identification d'une espèce chimique : Chromatographie sur Couche Mince (CCM), analyse spectrale IR	11
1. Chromatographie sur Couche Mince (CCM).....	11
a) Principe :.....	11
b) Rapport frontal :.....	12
2. Analyse spectrale IR.....	14
a) But de la spectroscopie infrarouge :.....	14
b) Principe.....	14
c) Schéma du spectromètre.....	14
d) Analyse fonctionnelle.....	15

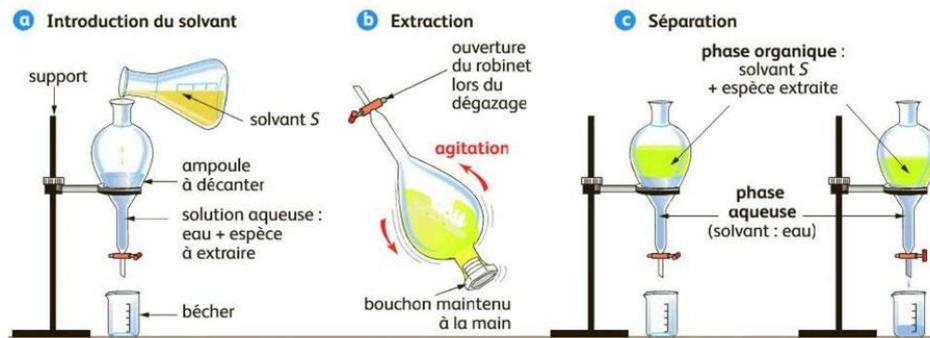
I. Technique d'extraction d'une espèce chimique par un solvant

1. Extraction d'un liquide d'un solvant

Pour faire une extraction par solvant liquide-liquide, il faut choisir le solvant :

- Non miscible au solvant dans lequel se trouve l'espèce à extraire
- Qui ait une plus grande solubilité pour l'espèce à extraire
- Non polluant et pas dangereux si possible

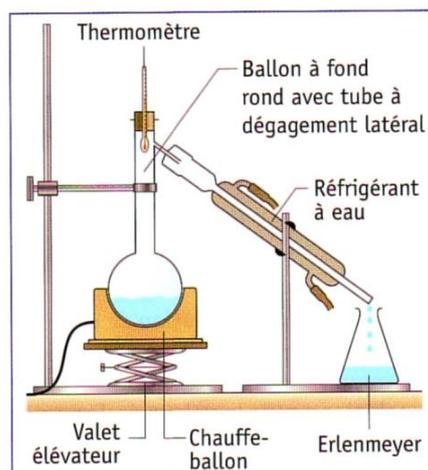
Cette extraction peut être réalisée par exemple dans une ampoule à décanter



On peut aussi faire une **hydro distillation**

L'**hydro distillation** est une technique d'extraction qui consiste à extraire des molécules contenues dans un mélange grâce à la vapeur d'eau qui est ensuite recondensée. On dit aussi que c'est un entraînement à la vapeur. Elle permet notamment d'extraire des composés volatils et très peu solubles dans l'eau

Exemple : les espèces présentes dans les fleurs, huiles essentielles.



2. Extraction d'un solide dissous dans un liquide

Dans un premier temps, on peut avoir recours à l'une des techniques suivantes :

- **La macération**: on laisse tremper des fleurs, écorces ou racines de plantes dans un solvant (de l'huile, de l'alcool ou de l'eau) à température ambiante pendant plusieurs heures. Le macérât peut ensuite être utilisé sous forme de cataplasme par exemple
- **L'infusion**: consiste à verser de l'eau chaude sur les fleurs, les feuilles ou les herbes (tiges) des plantes choisies.
- **La décoction**: consiste à faire bouillir pendant quinze minutes les tiges ou les racines de la plante, dans de l'eau afin de les ramollir et d'extraire les principes actifs

Puis afin de séparer le liquide du solide, une étape de séparation est nécessaire. Cela peut être :

- **La filtration**, qui consiste à faire passer le liquide à travers un filtre. Le solide piégé dans le filtre est appelé **résidu**, tandis que le liquide passé à travers le filtre est appelé **filtrat**.

La décantation, qui consiste simplement à laisser reposer le mélange.

Applications :

Exercice 01 :

L'eucalyptus est un arbre dont les feuilles contiennent une huile essentielle odorante dont la principale espèce chimique est l'eucalyptol. On hache quelques feuilles d'eucalyptus, que l'on place dans un erlenmeyer contenant 200 mL d'eau froide, puis on fait bouillir le tout pendant 30 min. On filtre pour éliminer les feuilles, puis on obtient un mélange d'eau et d'huile essentielle d'eucalyptus.

1. Comment se nomme cette méthode d'extraction ? Citer une autre méthode que l'on aurait pu utiliser.

2. L'objectif est d'extraire de la solution, l'eucalyptol à l'aide d'un solvant.

Quatre solvants sont à notre disposition.

Quel solvant d'extraction doit-on choisir ?

Procéder par élimination en justifiant les réponses.

Solvants	Miscibilité avec L'eau	Solubilité de l'eucalyptol (à 20°C)	Densité (à 20°C)	Dangerosité
Toluène	Non miscible	Peu soluble	0,87	Inflammable, nocif, irritant, pollution de l'environnement
Cyclohexane	Non miscible	Très soluble	0,78	Inflammable, pollution de l'environnement
Éthanol	Miscible	Très soluble	0,81	Inflammable, pollution de l'environnement
Dichlorométhane	Non miscible	Très soluble	1,33	Très toxique, inflammable, pollution de l'environnement

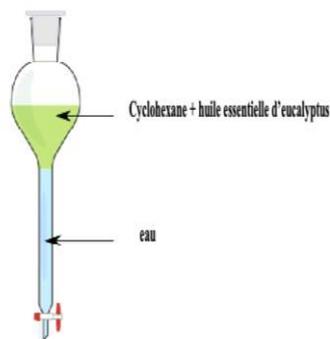
3. On introduit dans une ampoule 5 mL du solvant retenu et le filtrat précédent (eau+ eucalyptol), on agite puis on laisse décanter.

Faire un schéma légendé de l'ampoule à décanter et de son contenu avant puis après décantation, en indiquant et en justifiant l'ordre et le contenu de ces phases.

4. La masse volumique du toluène est $0,87 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$. Pour réaliser une expérience, Arthur a besoin de 8,7 g de toluène et ne dispose que d'une éprouvette graduée. Quelle grandeur va-t-il mesurer ? Calculer sa valeur.
5. Pour une autre expérience, Emma a besoin de 20 mL de toluène et ne dispose que d'une balance. Quelle grandeur va-t-elle mesurer ? Calculer sa valeur.

Solution

1. C'est une décoction. On peut aussi utiliser l'infusion.
2. Il faut choisir un solvant extracteur non miscible avec l'eau et dans lequel l'huile essentielle d'eucalyptus y est très soluble. Ce solvant doit être le moins dangereux pour la santé et l'environnement. On choisira **le cyclohexane** qui répond à tous ces critères.
3. Après décantation : On observe deux phases, l'eau et le cyclohexane sont non miscibles. Le cyclohexane étant moins dense que l'eau il se situe au-dessus.



4. Arthur va mesurer le volume de toluène à prélever. Sachant qu'1mL de toluène a une masse de 0,87g, pour prélever 8,7g il devra mesurer 10 ml

$$V = m/\rho = 8,7/0,87 = 10 \text{ ml}$$

5. Emma va mesurer la masse de toluène à prélever.

$$m = \rho \cdot V = 0,87 \times 20 = 17,4\text{g}$$

Exercice 02 :

L'estrageole est une espèce chimique utilisée dans la parfumerie et dans la composition d'arômes dans l'alimentation. Elle est présente dans l'estragon, le basilic, l'anis et le fenouil. L'estrageole est extraite des feuilles d'estragon par hydro distillation.

- 1) Faire un schéma légendé du montage d'hydro distillation et décrire en quelques lignes son principe.

2) Le distillat obtenu est un mélange hétérogène d'une phase aqueuse et d'une phase organique, qu'il est très difficile de séparer par une simple décantation. On cherche donc à extraire l'estragole de ce mélange au moyen d'un solvant.

Données : masse volumique de l'estragole : $0,96 \text{ g.cm}^{-3}$.

Solubilité de l'estragole :

Dans l'éthanol	Très soluble
Dans le cyclohexane	Très soluble
Dans l'eau	Très peu soluble
Dans l'eau salée	Insoluble

En s'appuyant sur les données du tableau ci-dessus, indiquer quel(s) solvant(s) est (sont) utilisables pour extraire l'estragole du mélange obtenu par hydro distillation.

3) Sachant que l'eau et le cyclohexane ne sont pas miscibles, mais que l'eau et l'éthanol le sont, en déduire le solvant à choisir.

4) La masse volumique du cyclohexane est $0,78 \text{ g.cm}^{-3}$.

a) Rappeler la relation entre la masse volumique d'un corps, sa densité et la masse volumique de l'eau dont vous rappellerez la valeur.

b) Quelle est la densité du cyclohexane ?

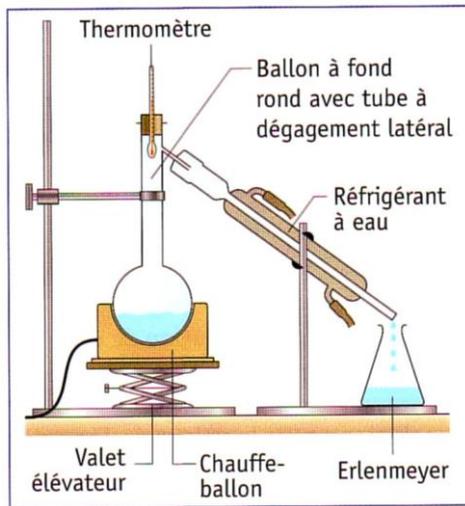
c) Quelle est la densité de l'estragole ?

d) Laquelle de ces deux densités est-il utile de connaître pour la suite de l'expérience ?

5) Proposer alors le protocole à suivre pour effectuer l'extraction de l'estragole avec ce solvant en précisant avec le vocabulaire approprié à la verrerie utilisée et en schématisant le contenu de l'ampoule à décanter.

Solution

1- Schéma légendé du montage d'hydro distillation et description de son principe.



Principe de l'hydro distillation :

L'hydro distillation est une technique utilisée pour extraire les composés volatils des matières végétales en faisant passer de la vapeur d'eau à travers le matériau source. Lorsqu'il est chauffé, l'eau se vaporise et emporte avec elle les composés volatils. La vapeur passe ensuite à travers le système de refroidissement et se condense à nouveau sous forme liquide, créant ainsi un mélange d'eau et de composés volatils extraits.

- 2- Solvants utilisables pour extraire l'estragole du mélange obtenu par hydro distillation : l'éthanol et cyclohexane
- 3- Sachant que l'eau et le cyclohexane ne sont pas miscibles, mais que l'eau et l'éthanol le sont, donc il faut choisir le cyclohexane
- 4- a- La relation entre la masse volumique d'un corps, sa densité et la masse volumique de l'eau

$$d(\text{substance}) = \rho(\text{substance}) / \rho(\text{eau})$$

b- la densité du cyclohexane

$$d(\text{cyclohexane}) = 0,78 \text{ g.cm}^{-3} / 1 \text{ g.cm}^{-3}$$

$$d(\text{cyclohexane}) = 0,78$$

c- la densité de l'estragole

$$d(\text{estragole}) = 0,96 \text{ g.cm}^{-3} / 1 \text{ g.cm}^{-3}$$

$$d(\text{estragole}) = 0,96$$

d- La densité du cyclohexane ($d_{\text{cyclohexane}}$) est utile à connaître pour le processus d'extraction.

5- Protocole pour l'extraction de l'estragole à l'aide du cyclohexane dans une ampoule à décanter (entonnoir de séparation) :

Étape 1 : Obtenir le distillat du processus d'hydrodistillation contenant de l'estragole et de l'eau.

Étape 2 : Verser le distillat dans l'ampoule à décanter.

Étape 3 : Ajouter du cyclohexane dans l'ampoule à décanter contenant le distillat.

Étape 4 : Agiter doucement l'ampoule à décanter pour permettre un mélange adéquat du cyclohexane et du distillat.

Étape 5 : Laisser les deux phases non miscibles (phase aqueuse et phase organique contenant de l'estragole et du cyclohexane) se séparer en couches distinctes.

Étape 6 : Ouvrir délicatement le robinet de l'ampoule à décanter pour libérer toute pression accumulée.

Étape 7 : Évacuer la phase inférieure (phase aqueuse) dans un récipient de déchets, laissant la phase supérieure (phase organique contenant de l'estragole) dans l'ampoule à décanter.

Étape 8 : Recueillir la phase organique (cyclohexane avec de l'estragole) dans un récipient propre et sec.

Étape 9 : Éventuellement, répéter le processus d'extraction avec du cyclohexane frais pour augmenter le rendement en estragole.

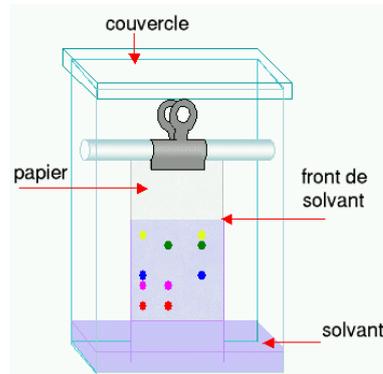
II. Technique d'identification d'une espèce chimique : Chromatographie sur Couche Mince (CCM), analyse spectrale IR

1. Chromatographie sur Couche Mince (CCM)

a) Principe :

La chromatographie sur couche mince est la plus simple des méthodes chromatographiques. Elle consiste à placer sur une feuille (papier, silice ou autre,

voir plus loin) une tache et de la laisser éluer en la trempant dans un solvant ou un mélange de solvant appelé **éluant**, l'éluant diffuse le long du support. La tache migre sur la feuille plus ou moins vite selon la nature des interactions qu'elle subit de la part du support et de l'éluant.

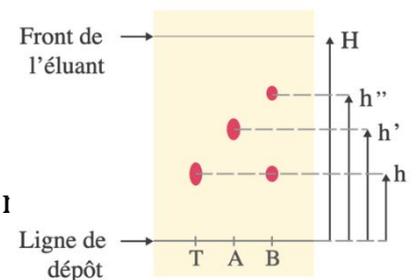


À la fin de la CCM, **chaque espèce chimique s'est élevée à une hauteur qui lui est propre**. Si on observe deux taches situées à la même hauteur, il s'agit de la même substance.

b) Rapport frontal :

On appelle **rapport frontal R_f** d'une espèce chimique le quotient de la distance **h** parcourue par l'espèce par la distance **H** parcourue par l'éluant pendant le même temps.

Chaque espèce chimique est caractérisée par son rapport



Calcul du rapport frontal : $R_f = \frac{h_c}{H}$

h_c : hauteur de la tache

H : distance parcourue par l'éluant

Exemple :

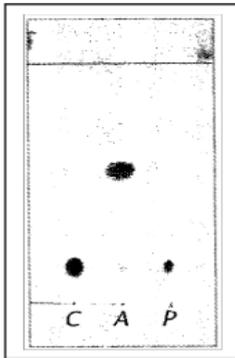
- Plusieurs taches obtenues à partir du dépôt B : il s'agit donc d'un mélange.

La première tâche du dépôt B est située à la même hauteur que la tache témoin donc la substance B contient l'espèce témoin T.

Application :

Identification d'une espèce chimique dans un comprimé et une pommade. On dispose d'un comprimé d'Actron (médicament antalgique), d'un tube de Percutaféine (pommade pour un traitement local à visée amincissante) et de caféine. Afin de vérifier la présence de caféine dans ces deux médicaments, on réalise une chromatographie sur couche mince. Les dépôts réalisés sont : C : une

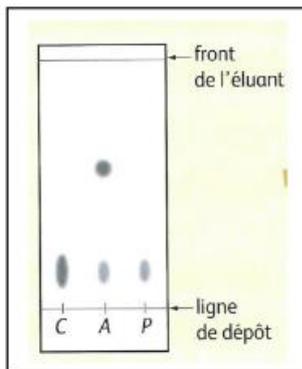
solution de caféine dans de l'acétate d'éthyle ; A : le comprimé d'Actron mis en solution dans de l'acétate d'éthyle ; P : une solution de pommade dans l'acétate d'éthyle. Après élution et séchage, la plaque est révélée à la lampe UV.



- 1) Réaliser un schéma légendé du chromatogramme obtenu.
- 2) Définir le rapport frontal de la caféine puis le calculer.
- 3) Le comprimé et la pommade contiennent-ils de la caféine ? Justifier. Où peut-on trouver cette information ?
- 4) Le comprimé et la pommade sont-ils des espèces chimiques pures ou des mélanges ? Justifier.

Solution :

- 1) Schéma légendé du chromatogramme obtenu



- 2) La caféine est une espèce chimique pure. Le rapport frontal de la caféine s'obtient à partir de la seule tache correspondant au dépôt :

$$Rf = \frac{h_C}{H}$$

h_C est la distance entre la ligne de dépôt et le centre de la tache ; on mesure
 $h_C = 0,6 \text{ cm}$

H est la distance entre la ligne de dépôt et le front du solvant ; on mesure $H = 4,0$ cm

$$A.N : Rf = \frac{0,6}{4} = 0,15$$

3) Pour les dépôts A et P, on observe une tache ayant le même rapport frontal que la caféine.

Le comprimé d'Actron et la pommade contiennent tous les deux de la caféine. On peut trouver cette information sur la notice du médicament.

4) Pour le dépôt A, le chromatogramme révèle la présence de plusieurs taches. Le comprimé d'Actron contient au moins une autre espèce. C'est donc un mélange. Pour la pommade, seule la tache correspondant à la caféine est révélée. Mais certaines espèces chimiques peuvent ne pas être solubles dans le solvant de dépôt. C'est peut-être un corps pur ou un mélange.

2. Analyse spectrale IR

a) But de la spectroscopie infrarouge :

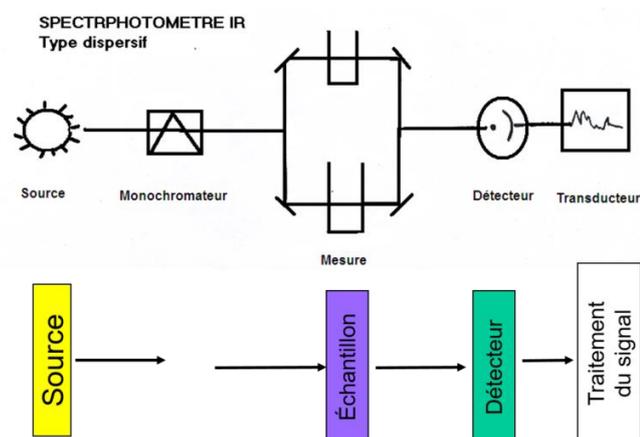
La spectroscopie peut être utilisée pour :

- Identifier une molécule
- Tester la présence ou l'absence d'un groupe caractéristique

b) Principe

La spectroscopie infrarouge (IR) repose sur l'interaction entre la lumière infrarouge et les molécules d'un échantillon. Lorsque le rayonnement infrarouge traverse l'échantillon, certaines fréquences spécifiques sont absorbées par les liaisons moléculaires, provoquant des vibrations caractéristiques des atomes dans ces liaisons. Le spectromètre infrarouge mesure l'énergie absorbée à différentes longueurs d'onde, produisant un spectre d'absorption unique pour chaque molécule, permettant d'identifier les liaisons fonctionnelles présentes dans l'échantillon

c) Schéma du spectromètre



d) Analyse fonctionnelle

On cherche à déterminer les groupements chimiques d'une molécule afin de déterminer sa structure.

Ceci est basé sur l'étude des spectres :

- **Position des bandes**
- **Intensité des bandes**
- **Largeur des bandes**

i. Régions principales du spectre :

- **De 600 à 1000 cm^{-1}** : bandes de vibrations de déformation (structures cycliques, éthyléniques...)
- **De 1000 à 1500 cm^{-1}** : empreinte digitale de la molécule (complexe)
Elle ne permet aucune détermination mais différencie deux molécules ayant le même groupe fonctionnel.
- **De 1500 à 4000 cm^{-1}** : bandes de vibrations d'élongation ou de valence identifiant une liaison ou un groupe fonctionnel

ii. Principales bandes d'absorption (en élongation)

Liaison	Groupe d'atome caractéristique	Fonction ou famille	Nombre d'onde (cm^{-1})	Intensité
O - H (libre)	Hydroxyde C-OH	Alcool	3580 -- 3670	Forte
O - H (lié par liaison H)	Hydroxyde C-OH	Alcool	3200 -- 3400	Forte
	Carboxyle -COOH	Acide carboxylique	3200 -- 3400	Forte
N-H	C-NH-	Amine, amide	3100 -- 3500	Moyenne
C-H	Cycle benzénique -C ₆ H ₅	Composé aromatique	3030 -- 3080	Moyenne
		Alcane	2810 -- 3000	Forte
		Aldéhyde	2750 -- 2900	Moyenne
=C-H		Alcène	3000 -- 3100	Moyenne
		Alcyne	3300	
C=C		Alcène	1625 -- 1680	Moyenne
C=O	Carbonyle	Aldéhyde, cétone	1650 -- 1730	Forte
	Carboxyle	Acide	1680 -- 1710	Forte
	CO-O-C	Ester	1700 -- 1740	Forte
	CO-N	Amide	1650 -- 1700	Forte

Applications :

Exercice 2 : donner la ou les bonne(s) réponse(s)

En spectroscopie moyen infrarouge :

- **L'énergie mise en jeu est une énergie de vibration**

- Le nombre d'onde est compris entre 4000 et 200 J cm^{-1}
- C'est une spectroscopie d'émission
- On analyse des atomes
- La bande d'allongement $\text{C} = \text{O}$ est située entre 1600 et 1800 cm^{-1}