EXTRACTION, CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE DU CLOU DE GIROFLE ET DE L'EUGENOL

But du T.P.
Réalisation d'une extraction et identification du produit par chromatographie

Liste du matériel
Eugénol

Fournisseur	Prix
LABOSI	100 grammes 17,76€
ACROS (fournisseur de Labosi)	100 grammes 17,07€ année 2000 2001
JEULIN	100 mL 25,3 € !

Clous de girofle
Dichlorométhane
Cyclohexane
Permanganate de potassium 0,02 mol.L^{-1}
Plaque de chromatographie gel de silice $60F_{254}$ (MERCK)
Bechers, boîte de Petri
Entonnoir, papier filtre
2 erlenmeyers
pipette Pasteur ou tube creux en verre
Pince à épiler
Cuve pour révélation au permanganate

Mode opératoire

Extraction à froid par macération

1. Peser 6 grammes de clous de girofle
2. Broyer énergiquement pour obtenir une poudre
3. Dans un Erlenmeyr, faire macérer le broyat dans 15 mL de dichlorométhane pendant au moins 30 minutes
4. Filtrer sur papier, récupérer le filtrat dans un Erlenmeyer
5. Ajouter 10 mL de dichlorométhane pour diluer le filtrat
6. Préparer des capillaires en effilant des pipettes pasteur à la chaleur.

Identification des produits

7 Préparer la solution d'eugénol, en diluant 1 goutte d'eugénol dans 4 mL de dichlorométhane
8 Préparer la cuve à élution en mélangeant 7 mL de dichlorométhane et 3 mL de cyclohexane. Couvrir avec la boîte de Pétri et laisser l'atmosphère se saturer.
9 Sur la plaque, tracer la ligne de dépôt à 1 cm du bord inférieur. Repérer les points de dépôt.
10 Prélever à l'aide des capillaires la solution d'eugénol et de filtrat.
11 Déposer les solutions sur la plaque et laisser migrer.
12 Repérer le front de solvant. Laisser sécher.
13 Plonger verticalement la plaque pendant 15 secondes dans une cuve de permanganate préalablement préparée.

Observations et interprétation

Comparer les deux migrations. Repérer et identifier l'eugénol.
Calculer le rapport frontal de l'eugénol.

Technique de séparation, extraction liquide-liquide

But du T.P.
Réaliser une décantation visuelle pour mettre en évidence différentes phases.

Liste du matériel
Ampoule à décanter
4 bechers
2 Erlenmeyers
Eprouvette graduée
Rouge de méthyle à 5.10^{-4} % solution alcoolique *en milieu basique (addition de soude pour obtenir la coloration jaune)*
Sulfate de cuivre 0,1 mol.l-1
Cyclohexane d = 0,78
Dichlorométhane d = 1,33

Mode opératoire
1 A l'aide d'une éprouvette prélever 50 mL de solution de $CuSO_4$ et 5 mL de rouge de méthyle. Conserver des solutions témoins.
2 Mélanger dans un becher.
3 Introduire le mélange dans une ampoule à décanter.
4 Ajouter 10 Ml de cyclohexane.
5 Homogénéiser et laisser décanter. A l'aide du robinet, éviter les surpressions.
6 Récupérer les deux phases.
7 Recommencer une ou plusieurs extractions si nécessaire.
8 Procéder de la même manière en utilisant comme solvant le dichlorométhane.

Observations et interprétation

Faire remarquer le changement de couleur
Rappeler les consignes de sécurité, observer les deux phases, les identifier. Réaliser un schéma.
Comparer la couleur des deux phases avec les solutions témoins.
Expliquer le changement de position des phases.

Remarque
Le rouge de méthyle comporte une zone de virage comprise entre 4,2 et 6,2 5 (du rouge au jaune). Dans le cyclohexane, le rouge de méthyle est sous la forme base conjuguée (jaune), en solution alcoolique il est sous la forme acide conjugué (rouge). Pour éviter le changement de couleur et une bonne identification du produit, il est important de maintenir la solution en milieu basique.