

T.P-cours de Chimie n°1 : EXTRACTION ET IDENTIFICATION DE L'EUGENOL



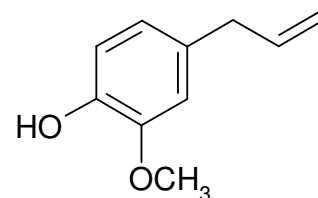
Extraire et identifier des espèces chimiques

Les clous de girofle sont les boutons floraux séchés du giroflier, un arbuste cultivé à Madagascar, en Indonésie et en Afrique. Le clou de girofle est une épice utilisée en cuisine. Il renferme une quantité importante d'huile essentielle⁽¹⁾ (15 à 20 % en masse) très riche en eugénol (70 à 85 %). Cette huile essentielle possède de nombreuses propriétés médicinales : anti-inflammatoire, antiseptique, parasiticide et anesthésiant local (utilisé à ce titre par les dentistes).

Quelques données :

	eau	eau salée	cyclohexane	dichlorométhane	Eugénol
Formule brute	H ₂ O		C ₆ H ₆	CH ₂ Cl ₂	C ₁₀ H ₁₂ O ₂
Masse molaire en g.mol ⁻¹	18,01		84,16	84,93	168
Température de fusion en °C	0		7	-95	103-110°C
Température d'ébullition en °C	100		81	40	252
Densité	1,00	≈1,1	0,778	1,33	1,039-1,045
Solubilité dans l'eau			nulle	nulle	très faible
Solubilité dans l'eau salée			nulle	nulle	insoluble
Solubilité dans le cyclohexane	nulle	nulle		nulle	très forte
Solubilité dans le dichlorométhane	nulle	nulle	nulle		très forte

L'eugénol est un liquide pratiquement incolore, brunissant à l'air. Son nom scientifique est : 4-allyl-2-méthoxyphénol. Sa formule développée est :

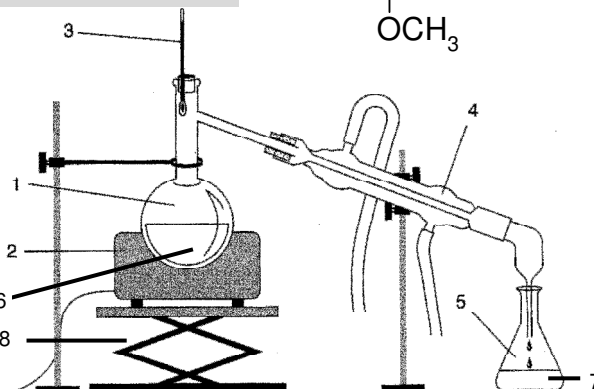


1-Extraction de l'huile essentielle cf. livre p.104, 105 et 109

1-1 HYDRODISTILLATION

Protocole expérimental.

- Peser 3 g de poudre de clou de girofle.
- Introduire la poudre dans un ballon de 250 mL.
- Ajouter 100 mL d'eau distillée et 3 grains de pierre ponce.
- Réaliser le montage ci-contre et le faire vérifier.
- Faire circuler l'eau froide dans le réfrigérant à eau, puis, à l'aide du chauffe-ballon, porter le mélange à ébullition (thermostat maximum) pendant 45 minutes environ
- Recueillir le **distillat** dans un erlenmeyer et stopper le chauffage. Pendant le chauffage, répondre aux questions suivantes:



Questions :

- a. Reproduire et légèrer le schéma du dispositif en utilisant les termes ballon, élévateur, chauffe ballon, thermomètre, réfrigérant, erlenmeyer, distillat et mélange réactionnel (à décrire).
- b. Noter la température des vapeurs qui circulent. Qu'en conclure ?
- c. Quel est le rôle du réfrigérant ? Indiquer le sens de circulation de l'eau.
- d. Préciser le rôle de la pierre ponce.
- e. Qu'observe-t-on dans l'erlenmeyer (faire un schéma) ? Préciser la nature de chacune des phases.
- f. Résumer de façon simple le principe de l'**hydrodistillation**.

⁽¹⁾"L'*huile essentielle* représente l'ensemble des substances volatiles de faible masse moléculaire extraites du végétal, soit par entraînement à la vapeur (avec ou sans présence d'eau), soit par expression (pressage des zestes de fruits frais, citrals et hespéridées)". La volatilité des huiles essentielles les oppose aux huiles de table (lipides). Les propriétés physiques de ces huiles rendent leur extraction à la vapeur particulièrement aisée. On les appelle huiles essentielles, parce que, comme l'essence elles s'enflamment. On les appelle d'ailleurs parfois *essences*. Les huiles essentielles sont des mélanges complexes, contenant de très nombreuses espèces chimiques (de l'ordre d'une centaine à plusieurs centaines), identifiables par chromatographie. Il s'agit d'espèces organiques : des terpénoïdes et des aromatiques (aldéhydes, esters, alcools...). L'espèce majoritaire est appelée *principe actif*.

La teneur des plantes en huile essentielle est faible de l'ordre de 1 à 3 % à l'exception du clou de girofle (14 à 19 %), du macis (10 à 13 %), de la noix de muscade (8 à 9 %), de la cardamome (4 à 10 %).

Elles sont utilisées dans certains médicaments, en parfumerie, en phytothérapie ou comme agent de saveur dans l'alimentation.

1-2 LE RELARGAGE

Protocole expérimental.

- ☞ Ajouter environ 5 g de chlorure de sodium. Agiter

Question.

- ☞ À l'aide des données, déterminer le rôle de cette étape appelée relargage.

1-3 SEPARATION DES ESSENCES DE L'EAU : EXTRACTION LIQUIDE- LIQUIDE

Le chimiste cherche souvent à isoler, de façon aussi sélective que possible, une espèce chimique. Pour cela, l'extraction liquide-liquide est l'une des opérations les plus fréquemment réalisées en chimie.

Principe : L'extraction liquide-liquide consiste à faire passer, par solubilisation, un composé d'un solvant dans un autre. Le composé est alors plus facile à isoler en solution dans le solvant extracteur. Les deux solvants doivent être non miscibles et le composé à extraire plus soluble dans le solvant extracteur.

Mise en œuvre expérimentale : L'extraction liquide-liquide est généralement réalisée dans une ampoule à décanter.

Protocole expérimental.

- ☞ Transvaser le distillat dans une ampoule à décanter dont le robinet est fermé.
- ☞ Verser 5 mL de dichlorométhane dans l'erenmeyer. Agiter puis transvaser dans l'ampoule à décanter.
- ☞ Boucher l'ampoule. Agiter 2 minutes en effectuant un dégazage de temps à autre puis laisser décanter.
- ☞ Vider la phase organique dans un bécher.
- ☞ Procéder à une 2^{de} extraction en ajoutant 5 mL de dichlorométhane dans l'ampoule à décanter.
- ☞ Vider la phase organique dans le même bécher.

Questions :

- Quelles doivent être les caractéristiques du solvant à utiliser pour extraire les huiles essentielles du distillat obtenu précédemment ?
- Dessiner l'ampoule à décanter avant et après agitation en vous aidant des données. Préciser la position et le contenu de chaque phase.
- Préciser comment vider la phase organique dans le bécher.
- Justifier l'utilité d'une 2^{de} extraction.

1-4 SECHAGE DE LA PHASE ORGANIQUE

Il a pour but d'éliminer les traces d'eau encore présentes dans la phase organique. On ajoute pour cela des cristaux d'un agent desséchant, par exemple le sulfate de magnésium anhydre, MgSO_4 (s).

2-Identification de l'eugénol

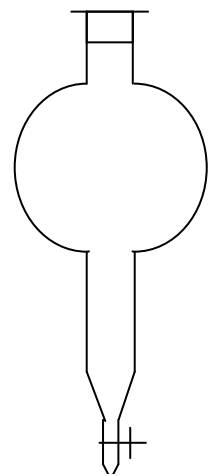
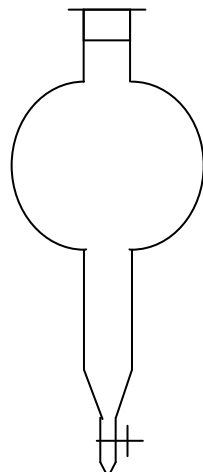
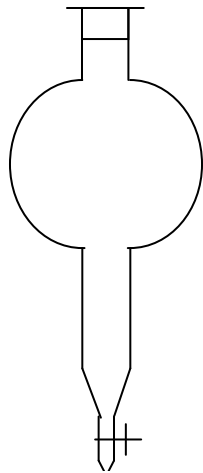
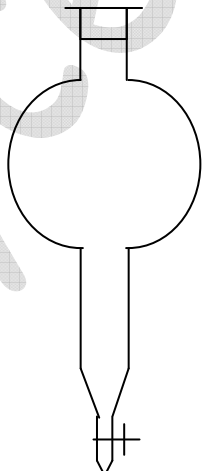
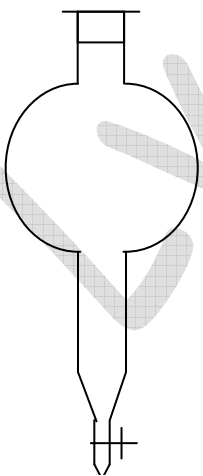
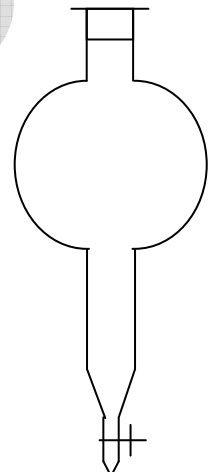
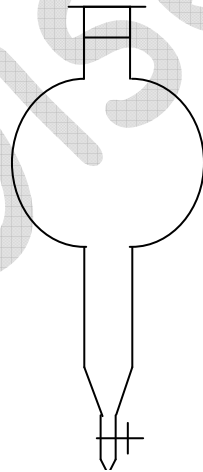
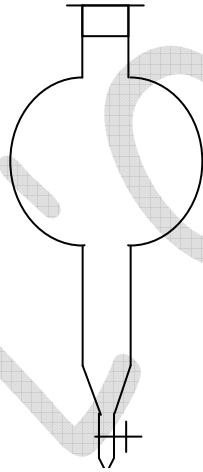
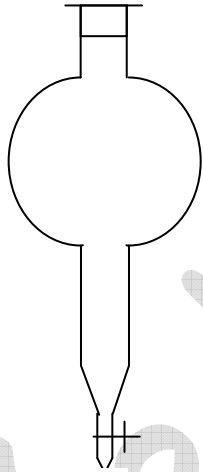
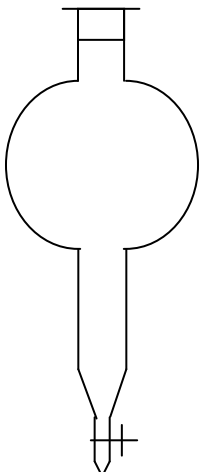
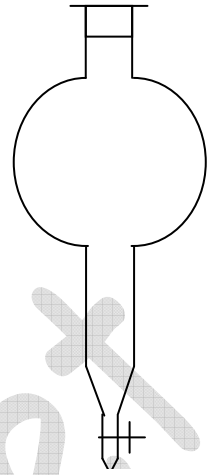
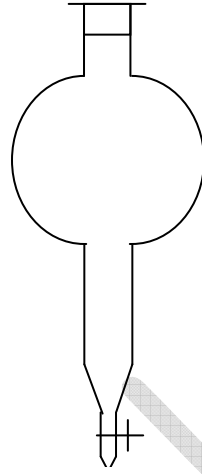
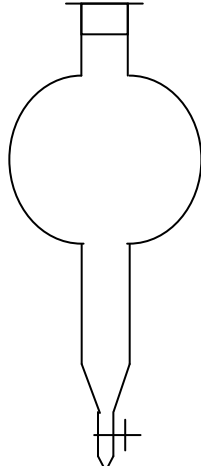
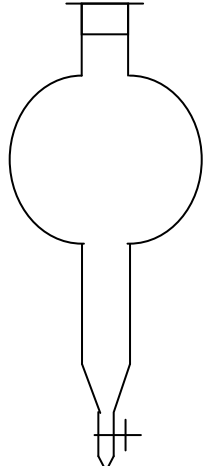
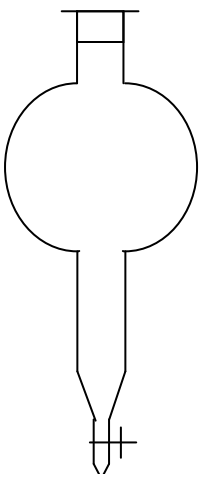
Lorsque plusieurs espèces chimiques sont mélangées, le chimiste cherche tout d'abord à les séparer puis à les identifier. Une technique très employée tant au laboratoire que dans l'industrie le permet : la chromatographie. Elle fut découverte par le botaniste russe M. Tswett en 1903. Chromatographie vient du grec *krômatos*, qui signifie couleur. En effet, cette technique fut d'abord utilisée pour séparer les pigments colorés des plantes (voir la séance n°2 pour plus d'explications).

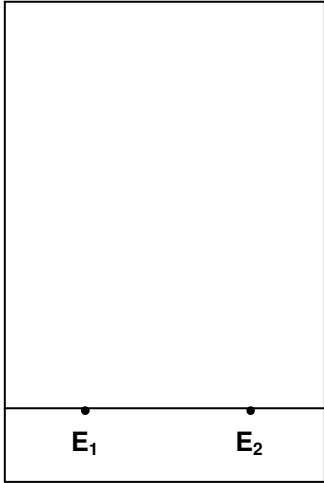
Protocole expérimental

- ☞ Sur une plaque de gel de silice, tracer 2 croix (notées E_1 et E_2) sur la ligne de dépôt. Avec des piques en bois, déposer :
 - 3 micro-gouttes d'un mélange eugénol-dichlorométhane sur E_1 , (0.5 mL d'Eugénol dans 5mL de dichlorométhane)
 - 3 micro-gouttes du mélange obtenu : huile essentielle et dichlorométhane sur E_2 .
- ☞ Procéder à l'élution avec l'éluant (toluène et éthanol)
- ☞ Sécher puis éclairer la plaque avec la lampe à Ultraviolets (UV C).
- ☞ Dessiner les taches sur la plaque donnée en annexe, conclure.

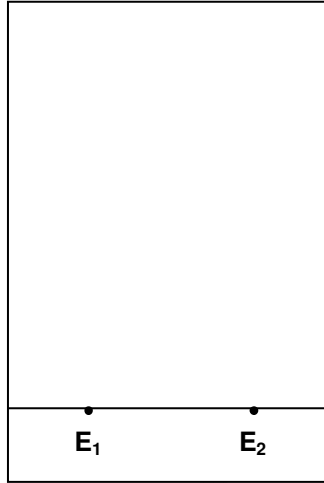
3-Questions supplémentaires

- ☞ Proposer une manipulation permettant d'obtenir l'eugénol sans solvant. On tiendra compte du caractère toxique du dichlorométhane et de sa température d'ébullition de 35°C.
- ☞ Calculer la masse maximale d'eugénol pur à laquelle on pourrait s'attendre.

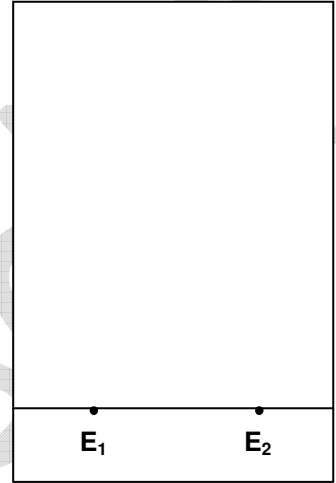




Chromatogramme



Chromatogramme



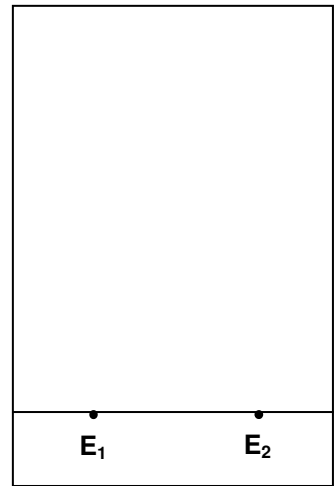
Chromatogramme



Chromatogramme



Chromatogramme



Chromatogramme

Spé Chimie TS**T.P. 1 Extraction et identification de l'Eugéno****matériel :****bureau :**

2 balances au centième de gramme
poudre de clou de girofle (minimum 30 g)
clous de girofle
pierre ponce
chlorure de sodium + grosse spatule
dichlorométhane
sulfate de magnésium anhydre + spatule
filtre Büchner + fiole à vide
1 pipette graduée de 5 mL + propipette
plaques de gel de silice pour chromatographie
100 mL d'éluant (94 mL de toluène + 6 mL d'éthanol)
eugéno
2 béchers de 100 mL avec étiquette : (Eugéno) et (Eugéno + dichlorométhane)
des pipettes Pasteur
sèche cheveux
lampe à UV
trompe à eau + flacon de garde (anti-retour)

chaque groupe :

1 ballon de 250 mL + chauffe-ballon
1 bécher en plastique (pour les pesées)
1 éprouvette de 100 mL
1 pissette d'eau distillée
1 dispositif de distillation : réfrigérant à eau + potence + noix + pince
1 erlenmeyer de 100 mL
1 ampoule à décanter + bouchon + support
2 béchers de 100 mL
1 boîte de Pétri
1 plaque de gel de silice + pince
Thermomètre
lunettes
capsule

Remarques :

Commencer à répondre aux questions a), b) et c) pendant l'hydrodistillation.

Préparer le mélange **eugénol (0,5 mL) + dichlorométhane (5 mL)**

Utiliser la lampe UV en UV C (254 nm)

Spé Chimie TS**T.P. 1 Extraction et identification de l'Eugénol****Réponses aux questions :**

- a) A (les 6 premières lignes) distillation avec entraînement par la vapeur d'eau ...
B (lignes 7 et 8) C (lignes 9 à la fin)
- b) La pierre ponce sert à rendre l'ébullition plus régulière et moins turbulente.
- c) colonne de refroidissement ou réfrigérant à eau ou condenseur sert à condenser le mélange vapeur d'eau + huile essentielle du clou de girofle afin de pouvoir les récupérer sous forme liquide.
- d) Le distillat est un liquide trouble et blanchâtre. C'est une émulsion : liquide formé d'au moins 2 substances non miscibles (comme le lait ou la vinaigrette). On distingue des gouttelettes d'huile essentielle surnageant sur l'eau. Il sera donc possible de séparer ces 2 liquides (eau et huile essentielle) non miscibles.
- e) Le chlorure de sodium sert à saturer l'eau afin de diminuer au maximum sa solubilité en huile essentielle. Ceci permet de récolter le maximum d'huile essentielle.
- f) L'extraction liquide-liquide est basée sur la différence de solubilité d'une substance (l'huile essentielle) entre 2 solvants non miscibles (l'eau et le dichlorométhane). Ici l'huile essentielle est très peu soluble dans l'eau et très soluble dans le dichlorométhane. On peut donc extraire l'huile essentielle de l'eau par le dichlorométhane.
- g) Le dichlorométhane de densité 1,3 est plus dense que l'eau et se trouve sous la phase aqueuse.
- h) La phase organique (dichlorométhane + huile essentielle) étant plus dense que la phase aqueuse, est la première à sortir à l'ouverture du robinet de l'ampoule à décanter.
- i) Une 2^{de} extraction est nécessaire afin d'extraire au maximum l'huile essentielle de la phase aqueuse.
- j) Le chromatogramme obtenu au 2) révèle que l'huile essentielle est composée (au moins) de 3 substances dont la plus importante (en quantité) est de l'eugénol. Par le protocole proposé, on a donc bien extrait et identifié de l'eugénol.
- k) Pour éliminer toute trace d'eau dans la phase organique, on peut ajouter du sulfate de magnésium anhydre puis éliminer le sel (plus ou moins hydraté) sur filtre Büchner.
- l) Pour obtenir l'eugénol pur, on peut tirer sous vide le mélange huile essentielle + dichlorométhane. Le dichlorométhane étant très volatile ($T_{\text{ébull}}$ de 35°C) sera éliminé sans entraîner l'eugénol ($T_{\text{ébull}}$ de 253°C). On pourrait aussi chauffer le mélange à 35°C sous une hotte aspirante.
- m) La masse maximale d'eugénol pur à laquelle on pourrait s'attendre est
 $m(\text{eugénol})_{\text{max}} = 0,85 \times 0,20 \times 3 \text{ g} = 0,51 \text{ g}$



Lycée L'Oiselet