

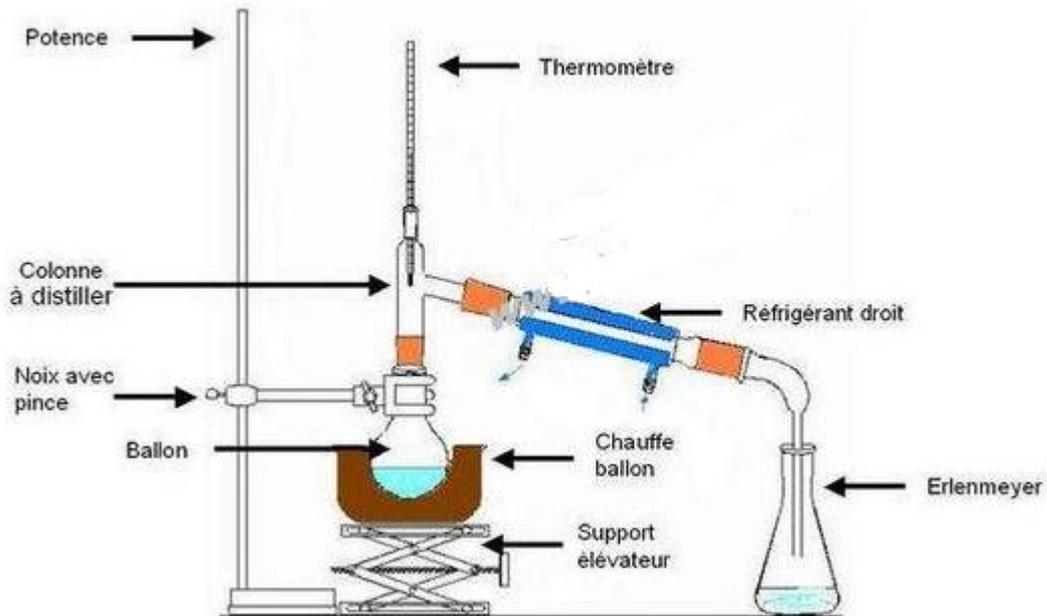
I Hydrodistillation (ou entrainement à la vapeur)

Mode opératoire.

- 1) Noter la température quand le distillat commence à couler.
100°C
- 2) Noter le volume exact de distillat recueilli.
80 mL (mais certainement moins)
- 3) Schématiser et annoter le montage sur demi page au moins de votre copie.

L'eugénol est un arôme contenu dans les clous de girofle. On peut l'obtenir par hydrodistillation.

- 1- Hydrodistillation : extraction de molécules par le solvant l'eau et distillation par entrainement à la vapeur.



- 2- Liste précise du matériel nécessaire pour réaliser cette extraction. support élévateur, chauffe ballon, ballon, thermomètre, réfrigérant, erlen et potence

- 4) Quelle est l'utilité du support élévateur ?
Il permet de séparer le ballon du chauffage en cas de problèmes, en le baissant.
- 5) Quel est le rôle du réfrigérant ?
Il permet de condenser les vapeurs qui sortent du ballon pour les recueillir sous forme liquide dans l'Erlen
- 6) Pourquoi l'eau froide est-elle introduite par le bas ?
Sinon le réfrigérant ne se remplit pas totalement et le refroidissement se fait sur une toute petite surface
- 7) Reproduire les formules de l'eugénol et de l'acétate d'eugénol, et indiquer les fonctions organiques présentes dans chacune des molécules. (Les nommer)
Fait au tableau (OH = fonction hydroxyle de l'alcool)

- 8) Quel est l'état physique de l'eugénol à 100°C ? Justifier ?
Il est liquide, car il fond à -9° C et entre en ébullition à 252 ° C
- 9) Quelle est l'utilité de la pierre ponce ?
Réguler et modérer l'ébullition, (casser les bulles)
- 10) Quel est l'aspect du mélange eugénol-eau ? Observer et justifier cette observation.
Il y a deux phases, car l'Eugénol est peu soluble dans l'eau, l'eau prend une couleur blanchâtre due au peu d'Eugénol dissout dans l'eau.

II Extraction de l'eugénol et de l'acétate eugénol du distillat .

Mode opératoire :

Ajouter 3 g de cristaux de chlorure de sodium au distillat, agiter avec une tige de verre pour dissoudre le sel.

Introduire le distillat dans une ampoule à décanter avec 5 mL de dichlorométhane. (Attention à ne pas introduire de sel solide dans l'ampoule)

Agiter durant 3 minutes en dégazant de temps en temps. Poser l'ampoule sur support et laisser décanter quelques minutes .

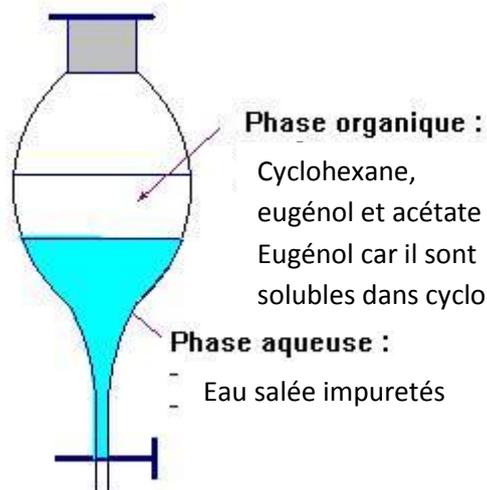
Deux phases apparaissent. Recueillir la phase inférieure dans le bécher 1 et la phase supérieure dans le bécher 2.

Effectuer une seconde extraction par 5 ml de cyclohexane sur la phase aqueuse et l'ajouter à la phase organique

- 11) Quel est le rôle du chlorure de sodium ajouté ? Comment appelle-t-on ce procédé
Il permet de récupérer plus d'Eugénol, en le séparant de l'eau, car l'Eugenol est moins soluble dans l'eau salée que dans l'eau. C'est le relargage.
- 12) Pourquoi l'ampoule à décanter présente-t-elle deux phases après l'ajout du cyclohexane ?
**Car le cyclohexane et l'eau ne sont pas miscible (T6)
Car le dichlorométhane et l'eau ne sont pas miscible (T5)**

13) Schématiser l'ampoule lors de la première extraction en précisant la position et la composition de ces deux phases. Justifier à partir des données.

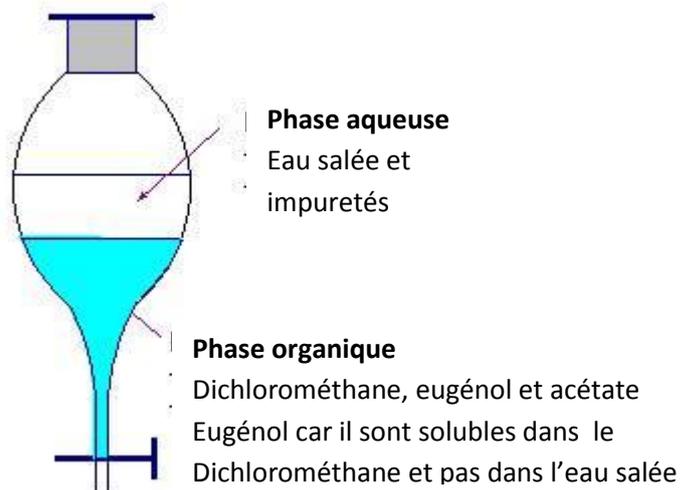
Ampoule à décanter



T6

La phase orga est au-dessus car d cyclohexane = 0,78 est inférieure à celle de l'eau salée 1.

Ampoule à décanter



T5

La phase organique est en dessous car la densité du dichlorométhane (1,33) est supérieure à celle de l'eau salée (1)

14) Après décanter, pourquoi récupère-t-on la phase organique
Car c'est celle qui contient l'eugénol

Donner au professeur un peu de la phase organique pour une chromatographie ultérieure

III - Séparation de l'eugénol et de l'acétyleugénol :

Mode opératoire

Verser dans l'ampoule à décanter vide la phase organique. Ajouter à cette phase 15 mL de solution de soude de concentration 2 mol.L^{-1} . Agiter, laisser décanter et récupérer la phase aqueuse.

L'eugénol est un phénol qui se transforme en ion eugénolate (très soluble dans l'eau) sous l'action de la solution de soude.

15) En notant Ar-OH l'eugénol, écrire l'équation de la réaction qui se produit et justifier le fait qu'alors la phase organique ne contient plus d'eugénol.

Couples acido-basiques

$\text{H}_2\text{O}/\text{HO}^-$ et $\text{Ar-OH}/\text{ArO}^-$

$\text{Ar-OH} + \text{HO}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{Ar-O}^-$

L'Eugénol s'est totalement transformé en ion Eugénolate (Ar-O^-) par l'action des ions HO^- , il est très soluble dans l'eau, donc il ne reste plus d'Eugénol dans la phase Organique, mais se trouve sous sa forme Eugénolate dans la phase aqueuse

** Dans la phase aqueuse précédente, introduire une solution d'acide chlorhydrique concentré (6 mol.L⁻¹) jusqu'à obtenir un pH acide (3-4 environ); évaluer avec un papier pH. Une émulsion se forme alors.*

17) Décrire brièvement la technique du contrôle du pH avec le papier pH.

On prélève une goutte avec un agitateur en verre, on la dépose sur un petit bout de papier pH et on compare avec l'échelle de pH sur la boîte .

16) L'eugénol est régénéré par action de la solution d'acide chlorhydrique ; écrire l'équation de la réaction qui se produit avec l'ion eugénolate.

17) Couples acido-basiques



18) Interpréter l'émulsion observée.

Il s'agit de l'Eugénol régénéré qui se mélange mal à l'eau

19) Quel est le but des 2 réactions acido-basique effectuées?

On a éliminé l'acétate –Eugénol, qui était dans la première phase organique, il suffit maintenant d'extraire l'Eugénol qui est maintenant seul en ajoutant quelques mL de solvant organique (Cyclohexane ou dichlorométhane)

** Utiliser l'ampoule à décanter pour extraire la phase organique avec 10 mL de dichlorométhane.*

Récupérer la phase organique pour une chromatographie ultérieure.

IV Chromatographie

Voir TP suivant.