



Hydrodistillation : Du clou de girofle à l'eugénol



But de la manipulation :

- Extraire l'eugénol, huile essentielle majoritaire du clou de girofle.
- Hydrodistillation, relargage, extraction liquide-liquide et décantation, séchage ...
- Apprendre et pratiquer le schéma d'une manipulation de chimie, et rendre compte.

I. L'eugénol :

Voir le document en annexe

« L'huile essentielle » représente l'ensemble des substances volatiles de faible masse moléculaire extraits 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)" (Richard, Cahiers de nutrition et de diététique). 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**.

II. Extraction à partir du clou de girofle :

Bien que l'eugénol présente un point d'ébullition élevé (253°C) et soit insoluble dans l'eau, il forme avec ce dernier un « **azéotrope** » distillant à une température voisine de 100°C.

Par refroidissement de la vapeur, il y a ensuite « **démixtion** » (séparation) de l'eau et de l'huile essentielle.

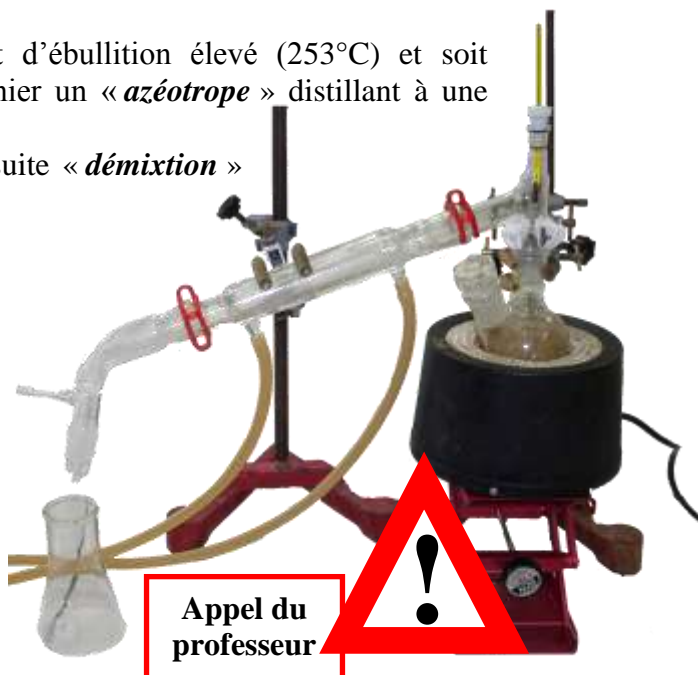
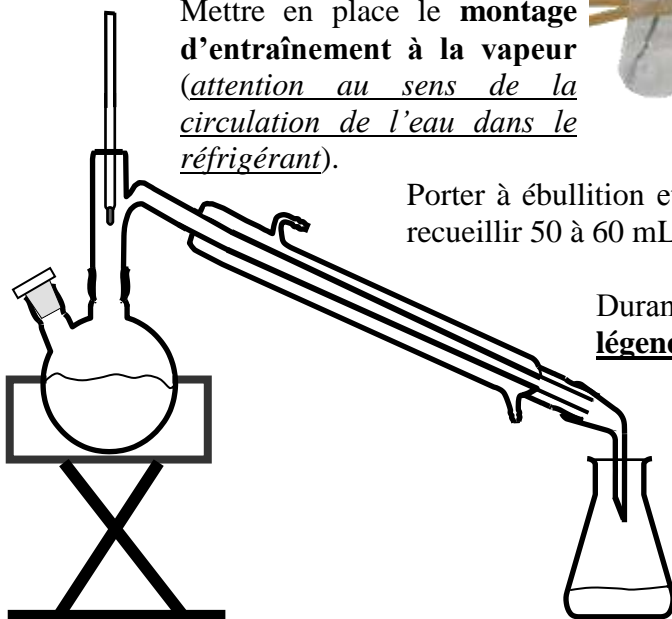
1° L'hydrodistillation :

➤ « **Entraînement à la vapeur** »

Piler dans un **mortier** 10 g de clous de girofle à l'aide du **pilon**.

Dans le **ballon bicol** de 250 mL, verser cette préparation et introduire 100 mL d'eau.

Mettre en place le **montage d'entraînement à la vapeur** (attention au sens de la circulation de l'eau dans le réfrigérant).



Porter à ébullition et faire fonctionner l'hydrodistillation jusqu'à recueillir 50 à 60 mL de « distillat ». Observer.

Durant l'hydrodistillation réaliser un **schéma légendé du montage** avec le plus grand soin.

Y placer les noms suivants :

« *boy, erlenmeyer, ballon bicol, distillat, col de cygne, allonge de recette, arrivée d'eau, thermomètre, réfrigérant droit, chauffe ballon, sortie d'eau, clous de girofle broyés dans l'eau et bouchon* ».



En fin d'hydrodistillation, on observe un distillat d'aspect blanchâtre et non deux phases, l'une organique contenant l'eugénol et l'autre aqueuse. Il s'agit d'une « **émulsion** » entre l'eau majoritaire et l'huile essentielle de clou de girofle. Rechercher dans l'annexe sur l'eugénol les caractéristiques physiques de la molécule d'eugénol : Peut-on alors donner les raisons de cette émulsion ?

Quelle est l'odeur du distillat ?

Décrire le rôle du réfrigérant droit à eau en utilisant le terme de « condensation ».

👉 2° L'extraction liquide-liquide du distillat :

➤ « Relargage »

La phase organique contient la plus grande partie des composés odorants et la phase aqueuse en contient un peu. Afin de récupérer cette quantité, on ajoute environ 3 g de sel au mélange et on agite jusqu'à dissolution complète du sel : la solubilité de l'huile essentielle de clou de girofle est moins grande dans l'eau salée. L'addition de sel chasse le peu d'huile qui s'était dissoute dans l'eau : c'est le « **relargage** ».

Faire un schéma de la manipulation.

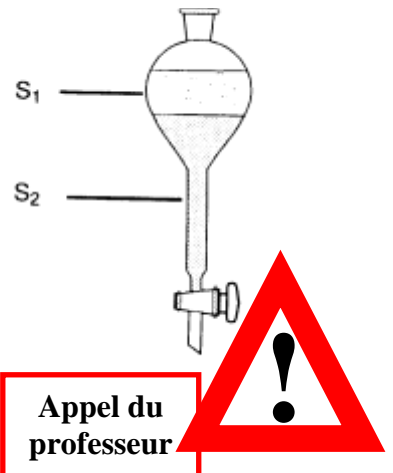
➤ « Extraction par solvant »

On verse dans l'ampoule à décanter le contenu de l'erenmeyer ainsi que 5 mL environ de **cyclohexane**.

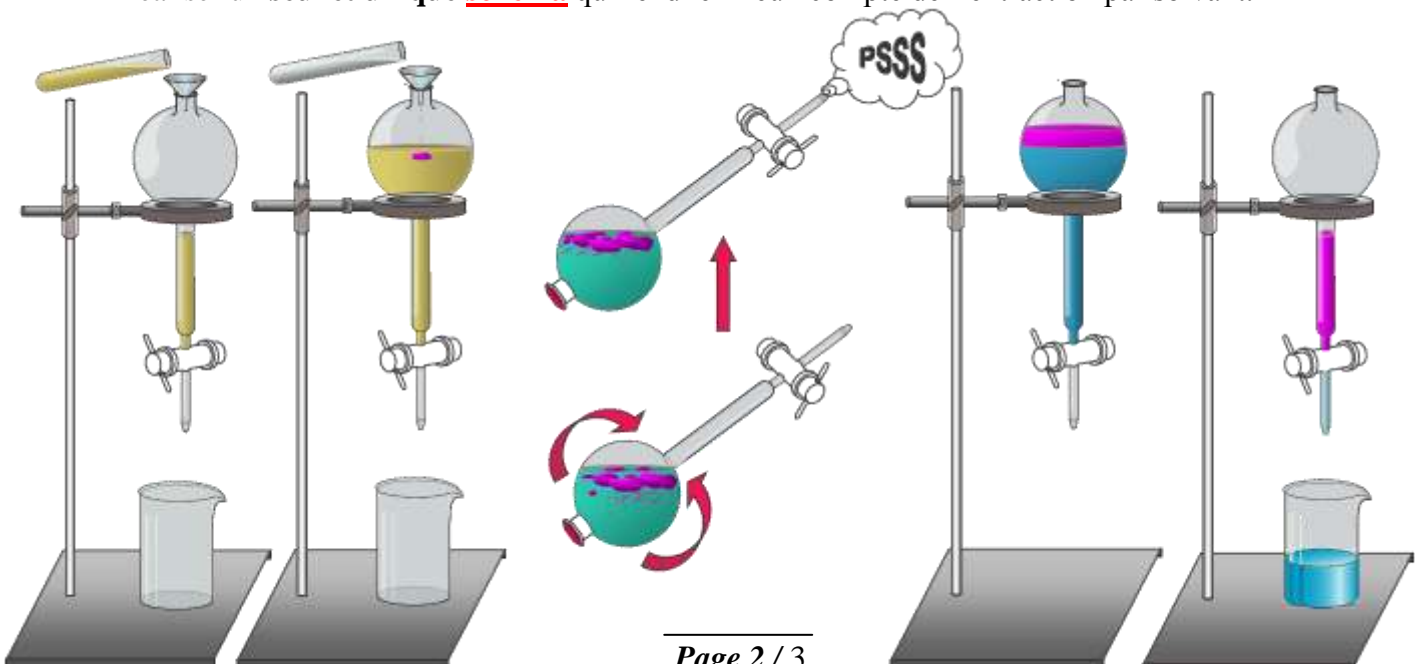
On agite au moins pendant deux minutes en maintenant le bouchon et sans oublier de lâcher de temps à autre l'éventuelle surpression : le dégazage se fait robinet en l'air vers la vitre de protection !

Le cyclohexane a une densité de 0,780. La phase aqueuse (S_2) est donc la plus dense ici : il faut la soutirer d'abord avant de récupérer la phase organique (S_1) qui est la moins dense (garder la phase aqueuse dans un becher).

On réalise en principe trois extractions successives au cyclohexane : On réalisera uniquement une deuxième extraction sur la phase aqueuse récupérée.



Réaliser un **seul et unique schéma** qui rend le mieux compte de l'extraction par solvant.





Justifier l'utilisation du cyclohexane comme solvant extracteur à partir du tableau de données ci-dessous :

	Eau	Cyclohexane	Eau salée	Eugénol
$T_{\text{Ebullition}}$	100°C	80,7°C	> 100°C	253°C
Densité	1,00	0,780	1,10	1,06
Solubilité dans l'eau		~ nulle		Faible
Solubilité dans l'eau salée		~ nulle		Très faible
Solubilité dans le cyclohexane	~ nulle		~ nulle	Très bonne

➤ « Séchage de la phase organique »

On ajoute à la **phase organique récupérée dans un becher**, une (ou plus) spatule de **sulfate de magnésium anhydre**: le sulfate anhydre capte les traces d'eau qui pourraient encore rester dans la phase organique. Enfin on filtre le contenu du becher contenant l'eugénol dans le cyclohexane. Reconnaître l'odeur caractéristique de l'eugénol.

Le filtrat obtenu sera utilisé lors d'une séance prochaine d'identification par « Chromatographie sur Couche Mince ». Recueillir Ce filtrat dans un flacon.

Quel est le sens de « anhydre » pour le sulfate de magnésium utilisé lors du séchage ?

Comparer son aspect avant et après introduction dans le becher.

Quand sait-on que l'on a ajouté suffisamment de sulfate de magnésium anhydre ?

Faire le schéma légendé de la filtration.

III. Étude du document annexe sur l'eugénol.

Lire le texte et chercher dans un dictionnaire la définition des termes méconnus : citral hespéridé, azéotrope, démixtion, sesquiterpène, esters, phénol, oxyde, antiseptique, anesthésiant, in vitro, inhiber, enzyme et inflammation.

Faire ensuite par écrit, une présentation résumée de la molécule d'eugénol et des étapes de son extraction en laboratoire



Phrases R

R11	Facilement inflammable.
R38	Irritant pour la peau.
R50	Très toxique pour les organismes aquatiques.
R53	Peut entraîner des effets néfastes à long terme pour l'environnement aquatique.
R65	Nocif, peut provoquer une atteinte des poumons en cas d'ingestion.
R67	L'inhalation de vapeurs peut provoquer somnolence et vertiges.

Phrases S

S9	Conserver le récipient dans un endroit bien ventilé.
S16	Conserver à l'écart de toute flamme ou source d'étincelles - Ne pas fumer.
S33	Eviter l'accumulation des charges électrostatiques.
S60	Eliminer le produit et le récipient comme un déchet dangereux.
S61	Eviter le rejet dans l'environnement. Consulter les instructions spéciales / la fiche de données de sécurité.
S62	En cas d'ingestion, ne pas faire vomir : consulter immédiatement un médecin et lui montrer l'emballage ou l'étiquette.