

## HYDRODISTILLATION

### OBJECTIFS

- Comprendre le principe d'extraction d'une espèce chimique par hydrodistillation
- Extraire l'huile essentielle d'eugénol par hydrodistillation des clous de girofle.

### INTRODUCTION

- 📖 *L'extraction par hydrodistillation est utilisée depuis des millénaires.*
- 📖 *"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)". 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.*

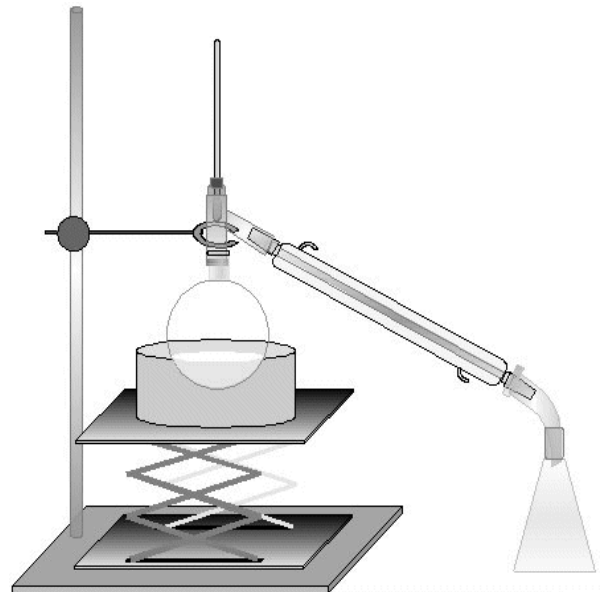
### LE PRINCIPE

- 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.

### EXPÉRIMENTATION

#### Montage

- Introduire 5 g de clous de girofle écrasés au mortier et 100 ml d'eau dans le ballon de 250 mL.
- Réaliser le montage ci-contre :
- Mettre le système en chauffe et maintenir le mélange à ébullition jusqu'à prélever un volume de 80 ml de distillat.
- Mettre en route la circulation d'eau froide dans le réfrigérant dès l'apparition de gouttelettes
- Arrêter le chauffage et laisser le ballon refroidir. Observer l'aspect du distillat recueilli dans l'erenmeyer.




#### Exploitation

1. Légender le schéma avec les termes suivants : erlenmeyer, ballon, distillat, col de

cygne, arrivée d'eau, thermomètre, réfrigérant droit, chauffe ballon, sortie d'eau, clous de girofle broyés dans l'eau.


2. Comment peut-on qualifier le mélange dans le ballon ?
3. Quel est le rôle du réfrigérant ?

### Extraction De L'eugéno

 *En fin d'hydrodistillation, on observe un distillat d'aspect blanchâtre et non deux phases distinctes. Il s'agit d'une "émulsion" entre l'eau majoritaire et l'huile essentielle de clou de girofle.*

4. Connaissez-vous une émulsion en cuisine ?
5. Peut-on donner les raisons de cette émulsion ?
6. Quelle est l'odeur du distillat ?

### Le 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.*

7. Pourquoi l'addition de sel chasse le peu d'huile qui s'était dissoute dans l'eau

### 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)
- 8. Où se trouve la phase organique ? Justifier. Récupérer la

### Séchage

- On ajoute à la phase organique récupérée dans un bécher, une (ou plus) spatule de sulfate de magnésium anhydre: le sulfate anhydre capte les traces d'eau qui pourraient

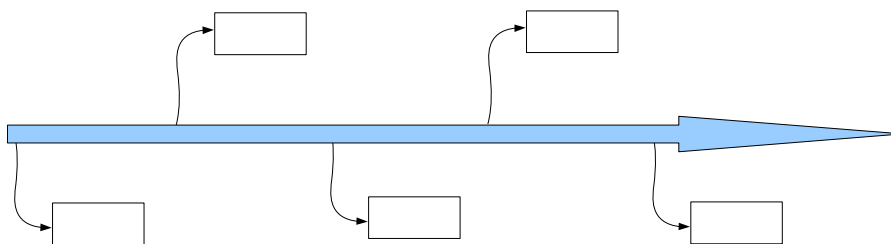
encore rester dans la phase organique.

- Enfin on filtre le contenu du bécher contenant l'eugénol dans le cyclohexane.
- Reconnaître l'odeur caractéristique de l'eugénol.

## CONCLUSION

9. Retracer le cheminement de eugénol de son milieu végétal à l'huile essentielle, en indiquant sur le schéma la position des étiquettes numérotées de A à E dans le désordre.

A	La phase vapeur est constituée d'un mélange homogène d'eau et de l'espèce chimique odorante
B	Dans le réfrigérant, la température diminue. L'eau et l'espèce chimique se condensent : elles se retrouvent à l'état liquide.
C	L'espèce chimique est dans la cellule végétale.
D	L'eau et l'espèce chimique sont récupérées dans l'erenmeyer où elles forment un mélange hétérogène car l'espèce chimique est très peu soluble dans l'eau.
E	Sous l'action de la chaleur, l'espèce est entraînée avec la vapeur d'eau.



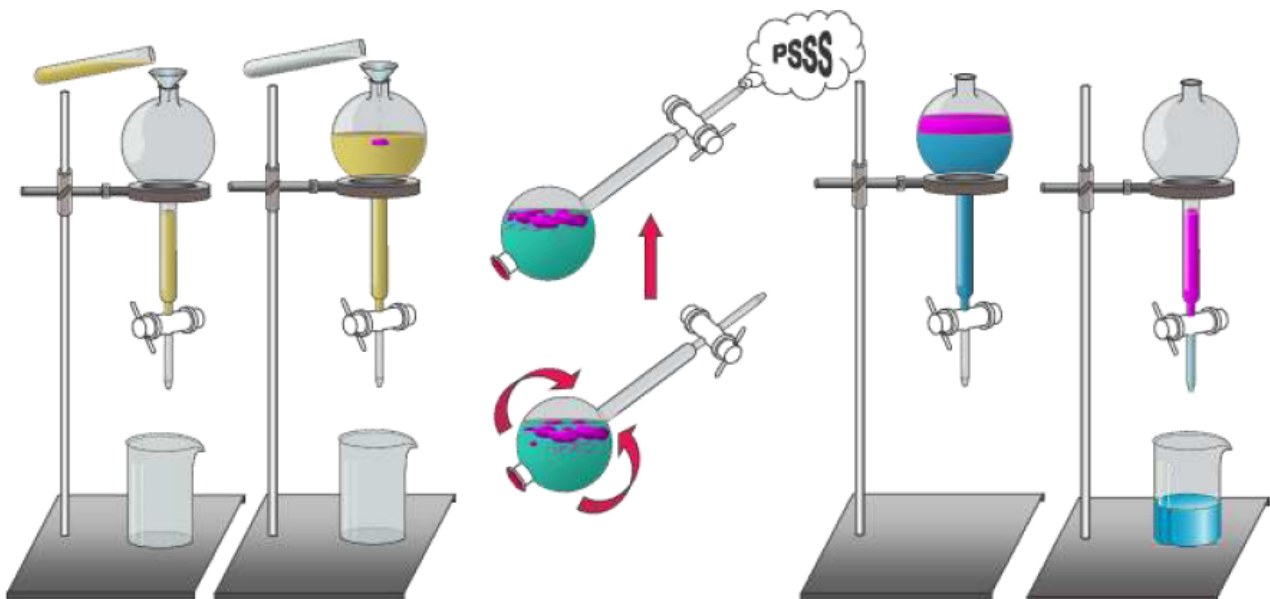
10. Comment pourra-t-on identifier l'eugénol ?

## DONNÉES

### Données Physico-chimiques

	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

### Décantation



### Danger

#### cyclohexane



#### 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.