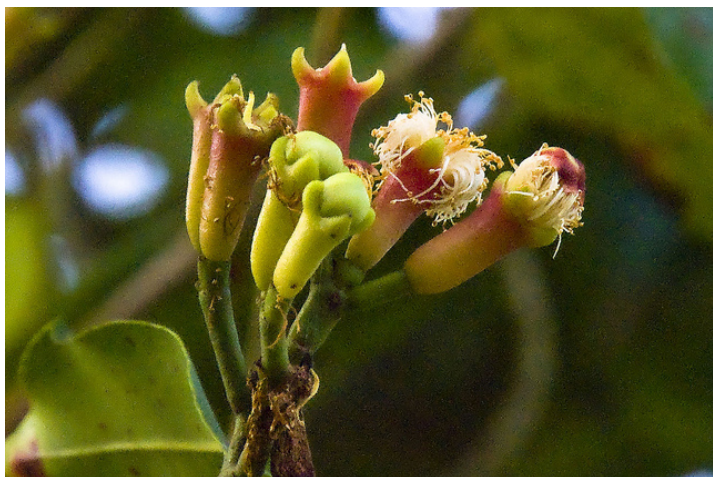


## 1 Extraction de l'eugénol des clous de girofle

L'huile essentielle de clous de girofle va être récupérée par hydrodistillation puis par extraction liquide-liquide. Cette huile essentielle contient l'eugénol.

### 1.1 Propriétés de l'eugénol

Les clous de girofle sont les boutons floraux séchés du giroflier, dont la forme fait un peu penser à un clou.



C'est une épice utilisée en cuisine. Chaque clou de girofle renferme une quantité importante d'huile essentielle (15 à 20 % en masse), huile très riche en eugénol (70 à 85 %).

L'huile essentielle a de multiples propriétés médicinales : anti-inflammatoire, antiseptique, parasiticide et anesthésiant local, toutes propriétés dues à l'eugénol. L'eugénol était aussi anciennement utilisé dans la synthèse de la vanilline.

L'huile essentielle obtenue par hydrodistillation est en émulsion dans l'eau. Il est nécessaire d'effectuer une extraction liquide-liquide avec un solvant, le cyclohexane.

### 1.2 Données

Densité du cyclohexane :  $d = 0,78$  ;

Solubilité de l'eugénol :

- dans l'eau : très faible ;
- dans l'eau salée : insoluble ;
- dans le cyclohexane : très soluble.

Température de fusion de l'eugénol :  $-9\text{ °C}$  ;

Température d'ébullition de l'eugénol :  $253\text{ °C}$ .

### 1.3 Hydrodistillation

- Prélever une quarantaine de clous de girofle, puis les broyer finement avec le pilon et le mortier.
- À l'aide d'un entonnoir à solide, verser la poudre obtenue dans le ballon rond disposé sur son valet. Rincer soigneusement le mortier et le pilon avec de l'eau distillée, en versant l'eau de rinçage dans le ballon. Bien

frotter pilon & mortier pour tout récupérer. Compléter éventuellement le remplissage du ballon à l'eau distillée, sans dépasser les  $2/5$  de la capacité totale. Ajouter quelques billes de verre ou quelques grains de pierre ponce.

- Réaliser le montage d'hydrodistillation, mettre en route la circulation d'eau dans le réfrigérant droit, chauffer au maximum pendant vingt minutes, avec une grande éprouvette graduée pour récupérer le distillat, puis arrêter le chauffage et laisser refroidir sans arrêter la circulation d'eau froide.
- Une fois l'ensemble froid, transvaser la totalité du distillat dans l'ampoule à décanter.

### 1.4 Relargage

- Pour récupérer l'huile essentielle, procéder à un relargage : ajouter au distillat une ou deux spatules de chlorure de sodium et agiter jusqu'à dissolution.

### 1.5 Extraction par solvant

Comme expliqué en introduction, l'huile essentielle et l'eau forment une émulsion. Afin d'améliorer le rendement, on va procéder à une seconde extraction, cette fois-ci par solvant. Le solvant choisi est le cyclohexane, inflammable.

- Dans l'ampoule à décanter, verser 10 mL de cyclohexane, agiter, récupérer la phase organique.
- Recommencer éventuellement les opérations une seconde fois, puis regrouper les deux phases organiques.

### 1.6 Séchage

- Afin d'éliminer les dernières traces d'eau dans la phase organique, on va la sécher en ajoutant une ou deux pointes de spatule de sulfate de calcium anhydre.
- Filtrer le mélange hétérogène, afin de recueillir un filtrat limpide.

a. Que signifie la terminaison *-ol* du nom eugénol ?

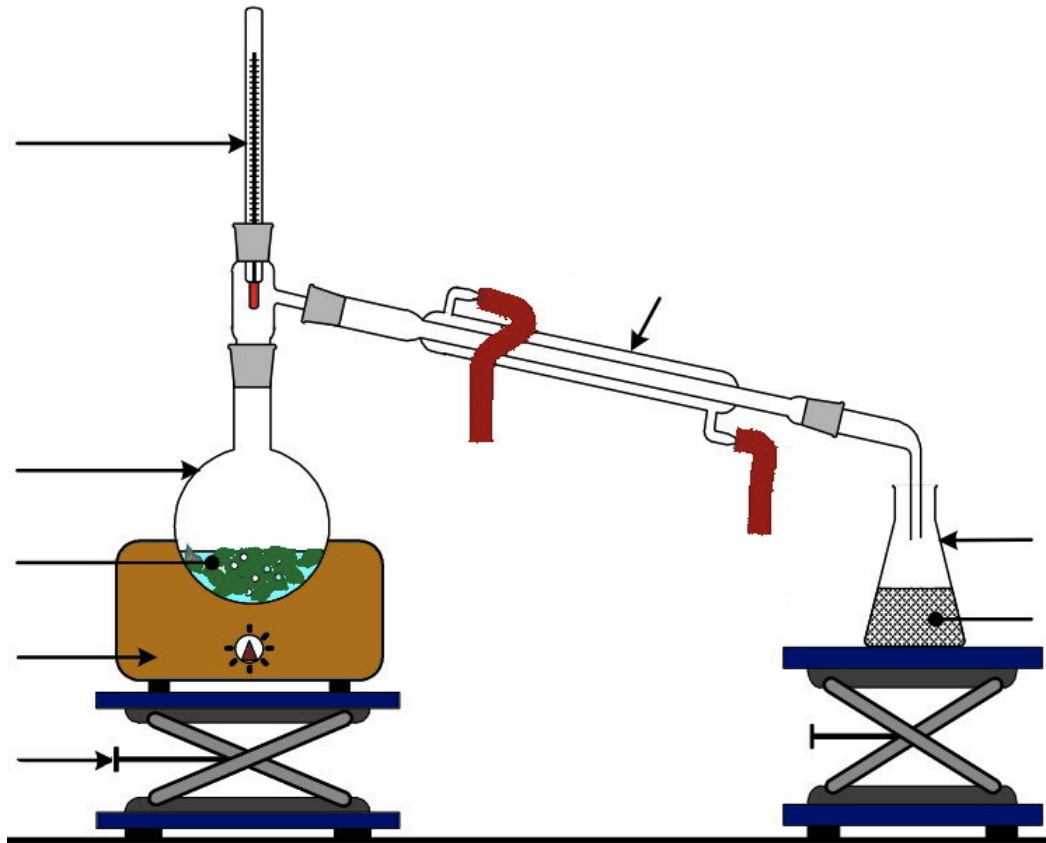
b. À partir de 3 g de clou de girofle, quelle masse d'eugénol peut-on obtenir ?

c. Pourquoi parle-t-on d'une hydrodistillation et non d'une distillation ?

d. Pourquoi faut-il *toujours* placer le chauffe-ballon sur un support élévateur ?

- e. Quel est le rôle des grains de pierre ponce ou des billes de verre ?
- f. Quel est le rôle du réfrigérant ?
- g. Pourquoi l'eau froide doit-elle pénétrer par l'entrée basse du réfrigérant ?
- h. Expliquer l'aspect trouble et blanchâtre du distillat.
- i. On distingue deux phases dans le distillat : phase organique appelée huile essentielle et phase aqueuse. Laquelle des deux phases surnage ? Quelle méthode expérimentale permet de le vérifier ? Quelle donnée numérique permet d'en être certain ?

- j. Pourquoi a-t-on procédé à un relargage ? Quel est le rôle du chlorure de sodium ajouté ? Peut-on procéder d'une autre manière ?
- k. Dans l'extraction, pourquoi conserve-t-on la phase supérieure ? Quel est l'intérêt de recommencer l'extraction deux fois ?
- l. Dresser un lexique avec la définition de tous les mots nouveaux rencontrés lors de cette manipulation.
- m. Expliquer le principe de l'entraînement de l'huile essentielle par la vapeur d'eau (2 phrases maxi).



### Méthode – Ampoule à décanter

