

Extraction et identification de l'eugénol contenu dans le clou de girofle

Introduction

Les huiles essentielles sont un mélange de composés organiques peu solubles dans l'eau qui confèrent aux plantes leur odeur. Elles sont employées comme ingrédients en parfumerie ou comme agent de saveur dans l'alimentation. L'objectif de cette séance est d'extraire de sa matrice végétale (le clou de girofle) l'eugénol par hydrodistillation, puis de mettre en oeuvre une technique qui permettra d'isoler l'eugénol du distillat et enfin de l'identifier.

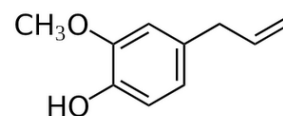
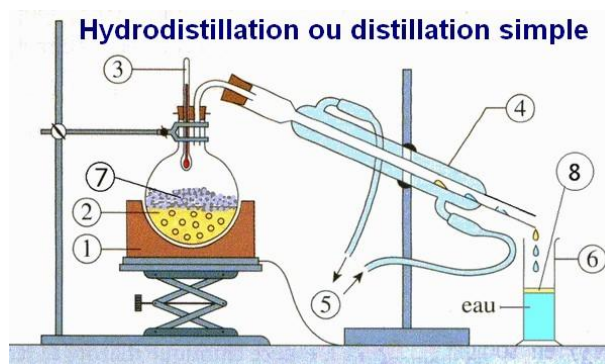


FIGURE 1 – Eugénol

1 Hydrodistillation (ou entraînement à la vapeur)

1.1 Principe

L'hydrodistillation ou entraînement à la vapeur, est une technique apparentée à la distillation mais elle s'en distingue par deux aspects importants : de l'eau est ajoutée en grande quantité au mélange dont on veut séparer les constituants. Portée à ébullition, l'eau se vaporise, entraînant les espèces chimiques les plus volatiles du mélange. On ne met pas de colonne à distiller. Il n'y a donc pas de séparation des espèces chimiques en phase vapeur. Seule la séparation entre les espèces chimiques volatiles et les espèces chimiques non volatiles est réalisée. La présence d'eau produit une macération qui libère les espèces chimiques à extraire hors de leur matrice végétale.



1.2 Protocole

Appelez le professeur pour vérifier le montage avant de le mettre en route

- Broyer grossièrement 5 g de clous de girofle dans un mortier.
- Les placer dans un ballon à fond rond de 250 mL en utilisant un entonnoir.
- Ajouter 50 mL d'eau distillée mesurés à l'aide d'une éprouvette graduée en prenant soin de rincer le mortier et l'entonnoir.
- Placer le ballon dans le chauffe-ballon, ajouter quelques grains de pierre ponce puis terminer le montage d'hydrodistillation ;
- Mettre la circulation d'eau en marche.
- Mettre le thermostat à la position maximale et lorsque l'ébullition commence, réduire celui-ci à la position 3-4 pour avoir une ébullition modérée.
- Recueillir un volume supérieur ou égal à 20 mL dans l'éprouvette graduée de 25 mL. Lorsque vous avez recueilli ce volume, arrêter le chauffage et retirer le chauffe-ballon du montage

1. Annoter le schéma d'hydrodistillation.
2. Pourquoi fait-on circuler le sens de l'eau dans le condenseur du bas vers le haut et pas l'inverse ?
3. Pourquoi met-on de la pierre ponce ?
4. Une autre technique d'extraction (vu en seconde) est l'extraction par solvant. Dans

cette technique la matrice dans laquelle se trouve la substance odorante est traitée par un solvant, généralement organique (cyclohexane ou dichlorométhane par exemple). Quels avantages et quels inconvénients voyez-vous pour cette technique par rapport à l'hydrodistillation ?

2 Extraction et identification de l'eugénol

2.1 Relargage et extraction

- Verser le distillat dans une ampoule à décanter de 100 mL
- Ajouter 20 mL de solution saturée de chlorure de sodium et 10 mL de dichlorométhane.
- Agiter et laisser décanter.
- Récupérer la phase organique dans un erlenmeyer de 100 mL
- Ajouter à nouveau dans la phase aqueuse 10 mL de dichlorométhane pour réaliser une nouvelle extraction.
- Verser la phase organique dans le même erlenmeyer. Ajouter encore une dernière fois 10 mL de dichlorométhane dans la phase aqueuse restante pour réaliser une nouvelle extraction.
- Récupérer la phase organique dans le même erlenmeyer.
- Introduire dans l'erlenmeyer une spatule de

sulfate de magnésium anhydre.

- Filtrer et récupérer le filtrat dans un bécher de 50 mL

1. Quelle est la composition du distillat ?
2. Le distillat est trouble, pouvez-vous donner une explication ?
3. Quel est l'intérêt de l'ajout de la solution de chlorure de sodium ?
4. Pourquoi utilise-t-on du dichlorométhane pour faire cette extraction ?
5. En analysant le tableau ci-dessous prévoir dans quelle phase se situe l'eugénol et préciser sa position dans l'ampoule à décanter. (schématiser l'ampoule à décanter et préciser les différentes phases)
6. Quel est le rôle du sulfate de magnésium anhydre ?

| | Eugénol | Eau | Eau salée | dichlorométhane |
|-----------------|--|--------------|------------------|-----------------|
| Eugénol | $T_{eb} = 253^\circ \text{C}$ $T_{fus} = -9^\circ \text{C}$ $d = 1,06$ | peu soluble | très peu soluble | très soluble |
| Dichlorométhane | très soluble | non miscible | non miscible | $d = 1,33$ |

2.2 Identification par chromatographie sur couche mince (CCM)

- Préparer la cuve à chromatographie (l'éluant utilisé est un mélange acétate d'éthyle et dichlorométhane dans le rapport 1/5)
- Préparer la plaque. Tracer la ligne de dépôts, au crayon à papier 2 cm d'un des bords de la plaque. On réalisera deux dépôts :
 - une goutte de phase organique O
 - une goutte de solution commerciale d'eugénol E diluée dans du dichlorométhane.
- Placer la plaque dans la cuve et couvrir celle-ci. (Ne plus bouger la cuve)
- Une fois l'élution finie, sortir la plaque. Tra-

cer le front du solvant, sécher la plaque.

- Réaliser alors la révélation de la plaque à l'aide de la lampe UV.
- Repérer les tâches à l'aide d'un crayon.

1. Quelles sont la phase fixe et la phase mobile de cette chromatographie.
2. Pourquoi utilise-t-on un crayon à papier et non un stylo pour tracer la ligne de dépôt.
3. Rappeler le principe d'une chromatographie
4. Définir le rapport frontal
5. Pourquoi utilise-t-on les UV ?
6. Calculer les rapports frontaux et conclure.