2nde	**TP3-B : *L'HYDRODISTILLATION DU CLOU DE GIROFLE À L'EUGÉNOL***	**Thème : Santé**

Objectif : *Réaliser l'extraction d'une huile essentielle par hydrodistillation.*

Avant propos

Les huiles essentielles sont des mélanges de ***composés organiques odorants*** *qui sont utilisés dans certains médicaments, en parfumerie, en phytothérapie ou dans l'alimentation comme agent de saveur.*

Les clous de girofle sont les bourgeons séchés d'un arbre tropical : le giroflier. Traditionnellement on extrait des clous de girofle une huile essentielle dont le constituant principal est ***l'eugénol*** *, une espèce chimique aux propriétés* ***antiseptiques*** *et* ***anesthésiantes*** *(utilisée dans le domaine dentaire: bains de bouche, dentifrice, ciments, ...)*

Données sur l'eugénol : formule brute : $C_{10}H_{12}O_2$; température d'ébullition : 253°C ; température de fusion : -9°C.

Données :

Substance	Eugénol	Cyclohexane	dichlorométhane	éthanol	Eau	Eau salée
Densité à 25°C	1,06	0,78	1,3	1,03	1	1,1
Miscibilité avec l'eau	Non	non	non	oui	oui	oui
Solubilité de l'eugénol	x	Très soluble	Très soluble	Très soluble	Très peu soluble	insoluble

A. Extraction par hydrodistillation

I. *Protocole expérimental*

- Introduire dans le ballon :
- environ 5 g de clous de girofle broyés,
- remplir à moitié d'eau distillée,
- ajouter 2 grains de pierre ponce.
- Mettre en place, avec beaucoup de précaution, le montage schématisé ci-dessous.
- Ouvrir le robinet d'eau du réfrigérant.
- Allumer le chauffe-ballon sur la température maximale.
- Quand le contenu du ballon bout, baisser le thermostat et chauffer jusqu'à obtenir environ 30 mL de distillat dans le bécher soit pendant environ 20 à 30 min.

II. *Questions sur le montage*

1. Légender le schéma ci-dessous en utilisant le termes suivants : *arrivée d'eau froide, sortie d'eau tiède, ballon, chauffe-ballon, distillat, réfrigérant, thermomètre, mélange eau / produit naturel / pierre ponce, support élévateur*.

1.....

2.....

3.....

4.....

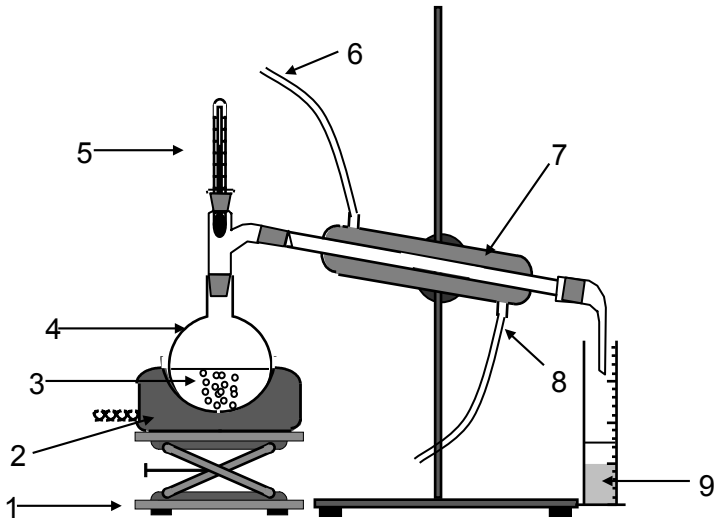
5.....

6.....

7.....

8.....

9.....



2. Que se passe-t-il dans le ballon ? Quelle température indique le thermomètre ? La comparer avec celle de la vapeur d'eau.
3. Quel est le rôle des grains de pierre ponce ?
4. Expliquer l'expression « entraînement à la vapeur ».
5. Que se passerait-il si le ballon n'était pas relié au réfrigérant à eau ?
6. En déduire le rôle du réfrigérant à eau.
7. Quel est l'aspect du distillat obtenu ? Que contient-il ?
8. Quelles sont les raisons de cette émulsion (utiliser les données du tableau) ?

B. Séparation des phases aqueuses et organiques du distillat

Le distillat est un mélange liquide dont on veut extraire l'eugénol. Il est constitué de deux phases non miscibles :

- *une phase organique contenant les huiles essentielles de clou de girofle,*
- *une phase aqueuse odorante, appelée "eau aromatique", qui ne contient que très peu d'huiles essentielles.*

I. *Relargage*

- Verser le distillat dans l'ampoule à décanter.
- Ajouter environ 20 mL d'une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium (eau salée saturée). Agiter et laisser reposer.

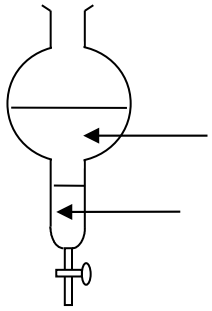
Questions

1. Pourquoi faut-il agiter l'ampoule à décanter ?
2. Pourquoi a-t-on ajouté de l'eau salée ?

II. *Extraction liquide-liquide à l'aide d'un solvant extracteur*

L'objectif de cette étape est de solubiliser la totalité de l'eugénol dans un solvant extracteur puis de récupérer la phase organique qui contient le solvant extracteur et l'eugénol.

- Verser 2 mL de cyclohexane dans **l'ampoule à décanter.**
- Agitez, dégazez, puis laissez décanter. Identifiez **les 2 phases**.



1. Quel est le rôle du cyclohexane ?
2. Montrez que le choix de ce solvant extracteur est judicieux. (3 raisons)
3. Dans l'ampoule à décanter représentez les 2 phases et précisez leur constitution.
4. Quelle phase faut-il conserver ?

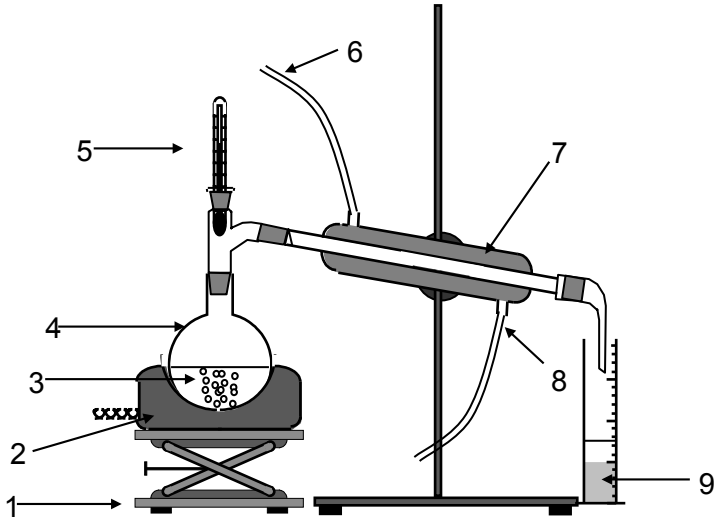
Lorsque les phases sont bien séparées :

- évacuer la phase aqueuse dans un **verre à pied**
- recueillir l'huile essentielle dans un **tube à essais**.

2nde	**TP3-B : *L'HYDRODISTILLATION DU CLOU DE GIROFLE À L'EUGÉNOL***	**Thème : Santé**

Matériel par groupe (9)

- *environ 5 g de clous de girofle mixés*
- *Montage à hydrodistillation :*
  - *chauffe-ballon*
  - *2 supports élévateur*
  - *tête de colonne avec thermomètre*
  - *réfrigérant + support*
  - *allonge coudée*
  - *éprouvette graduée de 100 mL ou bécher*
  - *pierre ponce*
- *Ampoule à décanter + bouchon + support*
- *eau distillée*
- *1 petit tube à essais + bouchon pour récupérer la phase organique*
- *Un flacon (250 mL) + bouchon*



Matériel bureau professeur

- *solution saturée de chlorure de sodium (50 mL)*
- *cyclohexane + bécher de service*
- *Lunettes de sécurité*
- *Un flacon (250 mL) + bouchon*