

## Epreuve Orale sur Dossier Physique-Chimie

**Thème** : Extraction et Identification d'une espèce chimique

**Niveau d'enseignement** : Terminale Spécialité

**Document** : Protocole de TP « *EXTRACTION DE L'EUGENOL* »

### Travail à effectuer :

- 1) **Proposer un corrigé des questions posées tout au long du protocole de TP. Etablir une liste du matériel nécessaire pour la réalisation de ce TP.**
- 2) **Bâtir une séance de TP- cours permettant d'aborder les contenus de la partie « A – Identifier une espèce chimique » du programme de Terminale S spécialité, en intégrant la technique de chromatographie.**

### Document : Protocole de TP - EXTRACTION DE L'EUGENOL

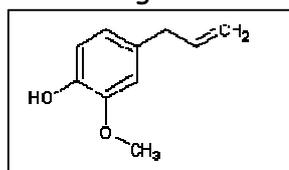
*L'huile essentielle des clous de girofle est récupérée par hydrodistillation puis par extraction liquide-liquide. Cette huile essentielle contient l'eugénol, un composé organique naturel. Il est notamment utilisé en parfumerie et comme antiseptique en médecine dentaire.*

Les clous de girofle sont les boutons floraux séchés du giroflier, un arbuste cultivé à Madagascar, en Indonésie et en Afrique (en particulier en Tanzanie). Le clou de girofle est une épice utilisée en cuisine. Il renferme une quantité importante d'huile essentielle (15 à 20 % en masse), très riche en eugénol (70 à 85 %). L'huile essentielle de clous de girofle possède de nombreuses propriétés médicinales: elle est anti-inflammatoire, antiseptique, parasiticide et c'est un anesthésiant local. Toutes ces propriétés sont essentiellement dues à l'eugénol dont on sait qu'il est rapidement métabolisé et excrété par l'organisme. L'eugénol peut être utilisé pour la synthèse de la vanilline, constituant principal de la vanille naturelle.

Propriétés physico-chimiques de l'eugénol :

T° de fusion (à 1 bar)	- 9 °C
T° d'ébullition (à 1 bar)	+ 253 °C
densité	1,06

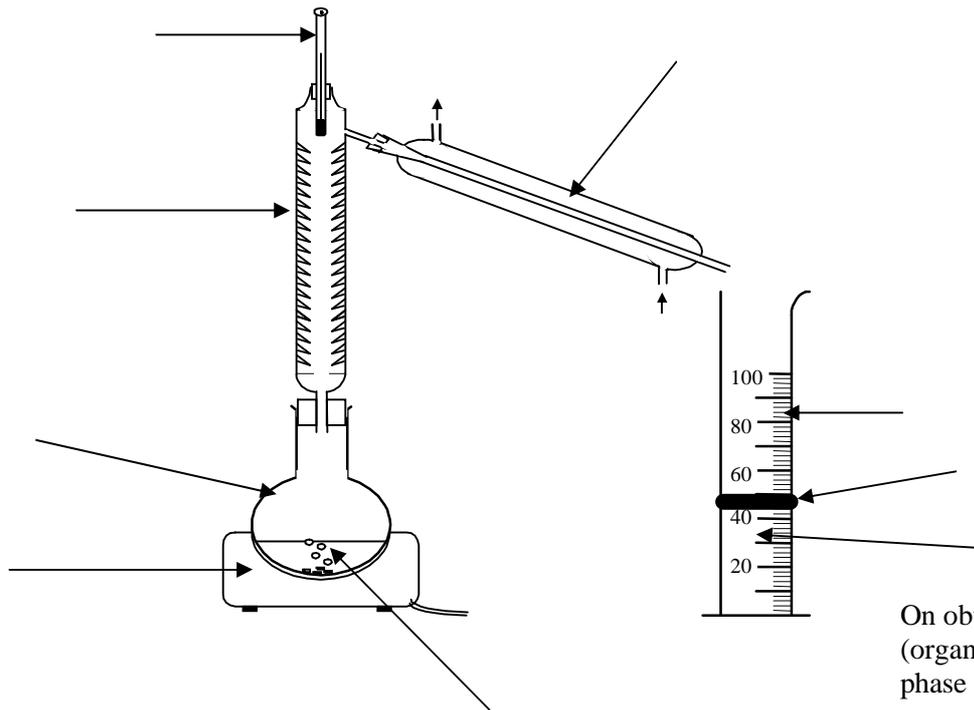
Eugénol



### I Hydrodistillation

Placer dans un ballon de 250 mL, 100 mL d'eau, 10 g de clous de girofle broyés et de la pierre ponce. Réaliser le montage d'hydrodistillation et faire circuler l'eau dans le réfrigérant. Chauffer jusqu'à recueillir environ un volume de 60 mL de distillat .

Annoter le schéma ci-dessous



On obtient une phase huileuse (organique) surnageante et une phase aqueuse trouble.

## II Relargage et extraction liquide-liquide.

Données :

Solvant	eau	Eau salée	dichlorométhane
Densité	1,00	1,15	1,33
Solubilité de l'eugéno	Très faible	Insoluble	Très soluble
Solubilité de l'acétylégénol	Très faible	Insoluble	Très soluble

### 1°/ Relargage

Ajouter dans le récipient contenant le distillat, une spatule de chlorure de sodium (ou sel).

Agiter avec un agitateur en verre pour atteindre la dissolution du sel.

Verser le distillat dans l'ampoule à décanter. Agiter puis laisser décanter : on observe 2 phases.

- Compléter le schéma du V. 2..
- Donner 2 raisons pour l'ajout de sel au distillat (relargage)

### 2°/ Extraction liquide – liquide

L'huile essentielle est un mélange et est soluble dans le dichlorométhane.

Extraire la phase organique en deux étapes si le temps restant pour finir le TP le permet.

- Ajouter 30 mL de dichlorométhane dans l'ampoule à décanter. Agiter fortement en dégazant de temps en temps. Laisser décanter.

Recueillir la phase organique dans un bécher.

- Dans la phase aqueuse restée dans l'ampoule à décanter, ajouter de nouveau 30 mL de dichlorométhane. Agiter en dégazant de temps en temps. Laisser décanter.

Regrouper les 2 phases organiques dans le bécher.

Cette phase contient 2 principaux constituants organiques : de l'eugéno et l'acétylégénol.

Vider l'ampoule à décanter en éliminant la phase aqueuse.

- Compléter le schéma du V.4.

### III Séparation de l'eugénol et de l'acétyl'eugénol

Pour séparer, l'eugénol et de l'acétyl'eugénol nous allons effectuer une extraction liquide-liquide en réalisant l'hydrolyse basique de l'eugénol.

Verser dans l'ampoule à décanter qui a été vidée, la phase organique précédente contenue dans le bécher.

Ajouter à cette phase 40 mL de la solution aqueuse d'hydroxyde de sodium ( $\text{Na}^+_{(\text{aq})} + \text{HO}^-_{(\text{aq})}$ ) (ou soude).

Agiter, laisser décanter et récupérer la phase aqueuse.

La phase aqueuse contient "l'eugénol" transformé. En effet, les ions  $\text{HO}^-$  apportés par la solution de soude ont transformé la fonction phénol de l'eugénol en ion eugénate, soluble dans l'eau.

- Compléter les questions 5, 6, 7 et 8 du V.

### IV Régénération de l'eugénol

Nous effectuons une extraction liquide-liquide pour cette régénération

Dans la phase aqueuse précédente située dans le bécher, introduire la solution concentrée d'acide chlorhydrique jusqu'à obtenir un pH acide, évalué avec un papier pH.

Mettre cette solution dans l'ampoule à décanter.

Ajouter 40 mL de dichlorométhane, agiter, recueillir la phase organique.

- Compléter la question 9 du V.
- Compléter le schéma du 10 du V.

Vider et rincer l'ampoule puis y introduire la phase organique de dichlorométhane.

Laver cette phase à l'eau.

La recueillir dans un bécher propre et la sécher sur un peu de sulfate de magnésium anhydre.

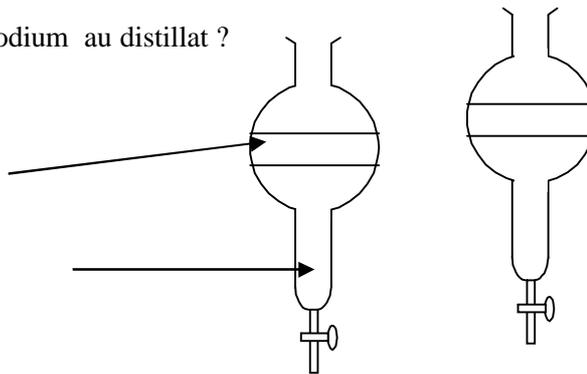
Le produit final obtenu est l'eugénol.

On pourra caractériser l'eugénol par CCM lors d'un prochain TP

Rassembler toutes les phases organiques séchées dans un flacon pour la séance suivante.

### V Exploitation des résultats:

1. Quel autre nom donne-t-on à cette technique d'extraction ?
2. Compléter le schéma de l'ampoule à décanter, juste après le relargage en situant les différentes phases et en indiquant leur composition.
3. Donner les 2 raisons expliquant l'ajout de chlorure de sodium au distillat ?
4. Compléter le schéma de l'ampoule à décanter après l'ajout de dichlorométhane, situer les différentes phases et donner leur composition.



5. Quel type de réaction chimique se produit-il lors du passage en milieu basique (à cause du groupement -OH du phénol) ?

Ecrire l'équation de cette réaction (voir tableau page 1 des 2 formes acide et basique de l'eugénol)

Qu'est devenu l'eugénol ?

6. Dans quel solvant sont, en général, solubles les espèces organiques ?
7. Où se trouve l'acétyl'eugénol que l'on ne veut pas conserver ?
8. Pourquoi est-on passé en milieu basique, Expliquer.
9. Que se passe-t-il lorsqu'on revient en milieu acide ?
10. Compléter le schéma de l'ampoule à décanter après l'ajout d'acide, situer les différentes phases et donner leur composition.

