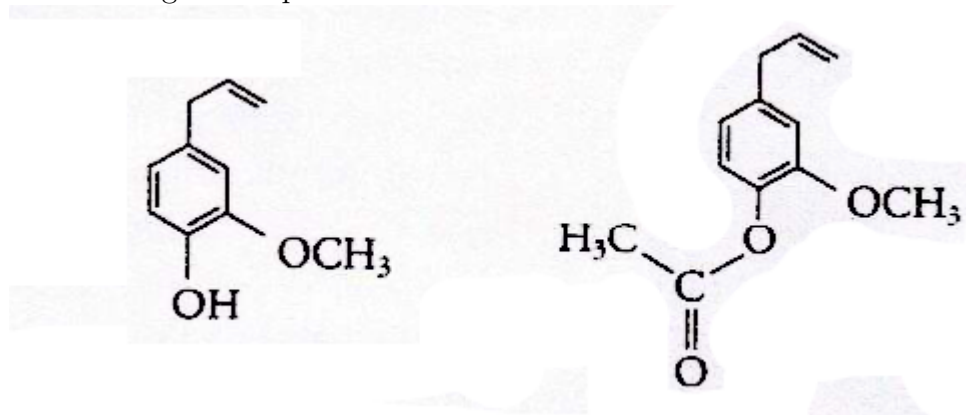


# Protocole d'extraction de l'eugénol

Les clous de girofle contiennent environ 14 à 19% d'eugénol. L'eugénol est peu polaire et bout à 255°C environ. L'extraction se fera par hydrodistillation avec un montage classique.



L'eugénol est représenté à gauche et l'acétyl'eugénol à droite.

## 1 Hydrodistillation

Peser 15g de clous de girofle, les broyer et les placer dans un ballon bicol de 250mL. Y ajouter 80mL d'eau distillée (on en profitera pour rincer le mortier ayant servi au broyage, en versant cette eau, afin de récupérer le plus de réactifs possible).

Ajouter 40mL de glycérol et quelques grains de pierre ponce.

Adapter une tête de colonne (pour hydrodistillation simple) munie d'un thermomètre, placer le ballon dans un chauffe-ballon, adapter les fixations où cela est nécessaire et adapter le réfrigérant à eau droit.

Placer une ampoule de coulée isobare remplie d'eau distillée sur la seconde ouverture du ballon (au cas-où). Ajouter une éprouvette graduée de 100mL

après le réfrigérant pour récupérer l'hydrodistillat.

Enclencher la circulation d'eau dans le réfrigérant et faire chauffer le ballon jusqu'à ébullition modérée du mélange. On peut contrôler que la température est inférieure à 100°C (habituel avec un hétéroazéotrope). Au besoin, verser de l'eau au moyen de l'ampoule de coulée pour maintenir un niveau d'eau constant.

Arrêter l'hydrodistillation quand le volume de l'hydrodistillat avoisine les 60-70mL.

## 2 Traitement de l'hydrodistillat

L'hydrodistillat est à ce stade une émulsion contenant plusieurs espèces organiques. On sépare l'eugénol des autres espèces en exploitant ses propriétés acido-basiques.

### 2.1 Séparation des molécules organiques

Verser le contenu de l'éprouvette dans une ampoule à décanter. Y ajouter 30mL d'une solution saturée en chlorure de sodium (relargage), agiter et dégazer, puis ajouter 30mL d'éther diéthylique (**je n'aime pas beaucoup ce solvant : on peut peut-être songer à le remplacer par du cyclohexane par exemple**). Agiter, dégazer, laisser reposer bouchon retiré (sous hotte).

Séparer les deux phases. Mettre de côté la phase organique. Remettre la phase aqueuse dans l'ampoule pour procéder à une nouvelle extraction avec le même solvant organique : évacuer la phase aqueuse de l'ampoule (cette phase aqueuse ne servira plus).

### 2.2 Isolement de l'eugénol

Réunir les deux phases organiques dans l'ampoule et ajouter 40mL de soude à 2 mol/L : agiter, dégazer, laisser reposer. Ceci augmente la solubilité de l'eugénol dans l'eau. Récupérer les deux phases séparément. Remettre la phase organique dans l'ampoule et ajouter 20mL de soude, agiter, dégazer, laisser reposer. Réunir la phase aqueuse obtenue avec la précédente. Les phases organiques sont réunies et mises de-côté, appelons-la « phase organique 1 » : on pourra les réutiliser plus tard, lors de l'étape d'identification

par CCM.

Acidifier la phase aqueuse au moyen d'acide chlorhydrique à 4mol/L jusqu'à avoir un pH  $\approx$  1. Une émulsion se forme (la forme acide de l'eugénol est peu soluble dans l'eau).

Placer cette phase dans l'ampoule à décanter et ajouter 30mL du même solvant organique que précédemment (éther diéthylique, ou cyclohexane). Recueillir la phase organique dans un bécher sec, remettre la phase aqueuse dans l'ampoule avec 20mL de solvant organique pour ré-extraire. Réunir les deux phases organiques ainsi obtenues (on obtient la « phase organique 2 »).

Au moyen de sulfate de magnésium anhydre, éliminer les traces d'eau dans la phase organique. Filtrer pour éliminer l'agrégat de sulfate de magnésium.

Éliminer le solvant au moyen d'un évaporateur rotatif. On obtient l'huile de clou.

Reprendre la « phase organique 1 », la sécher au sulfate de magnésium, filtrer puis évaporer le solvant.

### 3 Identification

On procède par CCM.

L'éluant sera un mélange d'1 volume d'acétate d'éthyle, 5 volumes de cyclohexane.

On verse 1mL de l'éluant dans 4 piluliers. On ajoute ensuite : 1 goutte d'huile de clou extraite dans le premier, 1 goutte d'eugénol commercial dans le second, 1 goutte d'acétyleugénol dans le troisième, 1 goutte du liquide extrait de la « phase organique 1 » dans le quatrième.

La révélation se fait aux UV puis au diiode.

### Bibliographie

Mode opératoire grandement inspiré par un TP extrait du livre de TermS spécialité (ancien programme), Hachette collection Durandea, éd 2002,p 130.

Référence bibliographique : «Chimie dans la maison» Crouzet-Deprost et al, Cultures et Techniques(1996) p 21.