

## Comment extraire l'eugénol du clou de girofle ?

L'eugénol, extrait de l'huile essentielle des clous de girofle ou des feuilles de giroflier, est utilisé dans certains produits des domaines médical et dentaire en raison de ses propriétés antalgiques et antiseptiques.

### Compétences :

- Extraire des informations
- Suivre un protocole
- Légènder un schéma
- Pratiquer une démarche expérimentale.



Le giroflier, *eugenia caryophyllata* (nom donné par Pline, du grec *plyllon* : feuille et *karyon* : noyau, noix) est un bel arbre de 12 à 15 m de haut, de la famille des *myrtacées*, à feuillage persistant, exigeant un climat doux et humide.

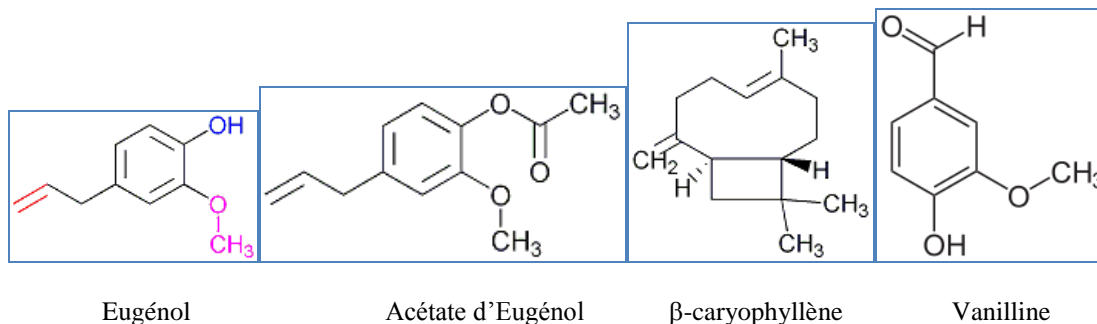
Les clous de girofle, *pimenta dioica*, sont les bourgeons non éclos et séchés du giroflier ; ce sont parmi les plus anciennes épices et drogues décrites dans l'Histoire. Le clou de girofle est connu en Chine au III<sup>ème</sup> siècle avant notre ère, en Europe seulement au XII<sup>ème</sup> siècle, mais peu consommé en raison de son prix élevé ; la consommation se généralise au XVI<sup>ème</sup> siècle.

Ce sont les portugais qui, parvenus au pays du girofle, l'ont expédié par cargaisons à Lisbonne. En 1605, les hollandais prennent possession des Moluques (Indonésie) et ont le monopole commercial. Sous Louis XV, Pierre Poivre réussit à se procurer des pieds de girofliers et de muscadiers et les introduit en France et aux îles Bourbon (aujourd'hui La Réunion et Maurice). Les deux grands pays exploitants sont la République malgache et la Tanzanie.

De nos jours, ils sont utilisés principalement comme épice. En Indonésie, ce produit est largement consommé dans le tabac (cigarettes Kretek : 60 % de tabac, 40 % de girofle).

L'huile essentielle des clous de girofle contient principalement de l'eugénol (de 75 à 85 %), de l'acétate d'eugénol (de 4 à 10 %), du  $\beta$ -caryophyllène (de 7 à 10 %)

et de faibles quantités d'autres produits (dont un peu de vanilline).



### Questions :

- 1) Dans les formules chimiques ci-dessus, entourer les fonctions caractéristiques des molécules et les nommer si possible.

## I. Principe de l'hydrodistillation

Données Physico-chimiques :

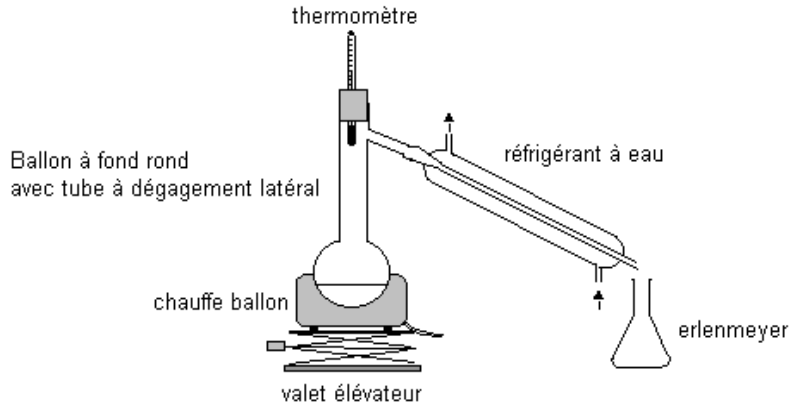
	Eau	Eau salée saturée	Cyclohexane	Dichlorométhane	Eugénol
Densité	1	1,1	0,78	1,33	1,05
Température d'ébullition	100°C	<100°C	81°C	40°C	254°C
Solubilité dans l'eau			nulle	nulle	faible
Solubilité dans l'eau salée			nulle	nulle	très faible
Solubilité dans le cyclohexane	nulle	nulle		nulle	très grande
Solubilité dans le dichlorométhane	nulle	nulle	nulle		très grande

Questions :

- 2) Quel est l'état physique de l'Eugénol à 100°C ?
- 3) Quel est l'aspect d'un mélange eugénol-eau ? Pourquoi ?

Sous l'effet de la chaleur et de l'eau, les cellules végétales libèrent l'huile essentielle de clou de girofle qui est entraînée par la vapeur d'eau vers le réfrigérant. Il y a alors condensation de la vapeur et on peut recueillir un liquide appelé distillat.

Montage expérimental :



On porte un mélange d'eau et de plante à ébullition : les substances odorantes (contenant l'extrait) se vaporisent en se mélangeant avec de la vapeur d'eau. Puis, on condense les vapeurs pour récupérer le distillat constitué d'une phase aqueuse (légèrement parfumée), l'*hydrolat*, et d'une phase organique contenant l'*extrait* (très parfumé, également appelé *essence* ou *huile essentielle*).

Pour isoler l'extrait, on réalise ensuite une extraction liquide-liquide.

**L'hydrodistillation est une technique d'extraction très ancienne dont le solvant est l'eau sous forme de .....**

## II. Protocole expérimental

- Peser dans une capsule 5,0 g de clous de girofle broyés.
- Les placer dans le ballon de 250 mL, à l'aide de l'entonnoir.
- Ajouter 100 mL d'eau distillée et 2 grains de pierre ponce.

- Positionner le ballon sur le montage d'hydrodistillation (vérifier le graissage du rodage).
- Alimenter le réfrigérant en eau.
- Faire chauffer à ébullition douce.
- Arrêter le chauffage lorsque le volume de distillat est voisin de 30 à 40 mL et récupérer le distillat.

**Questions :**

- 4) *Quel est le rôle des pierres ponce ?*
- 5) *Quel est le rôle de la vapeur d'eau ?*
- 6) *Que se passe-t-il dans le réfrigérant ?*
- 7) *Que constatez-vous pour la température ? Justifier.*
- 8) *Comment arrête-t-on le chauffage du ballon ?*
- 9) *Quel est l'aspect du distillat ?*
- 10) *Quelles sont les espèces chimiques qui composent le distillat ?*

### III. Extraction

- Peser 3,0 g de chlorure de sodium (ou sel).
- Verser le distillat dans un bécher et ajouter le chlorure de sodium.
- Agiter à l'aide d'un agitateur de verre .

Cette opération s'appelle le **relargage**.

Le **distillat** ainsi obtenu ne permet pas la récupération de l'extrait par simple décantation : il faut employer un solvant organique pour l'extraire du mélange. Cette seconde étape d'extraction est appelée **extraction liquide-liquide**.

- Verser le contenu du bécher dans une ampoule à décanter.
- Ajouter 10 mL de cyclohexane. GANT + LUNETTES
- Agiter, puis dégazer.
- Laisser décanter.
- Récupérer la phase contenant l'extrait puis la sécher en ajoutant une spatule de sulfate de magnésium anhydre.
- Réaliser une filtration afin de récupérer le filtrat.

**Questions :**

- 11) *A l'aide du tableau de données, expliquer le but de l'étape de relargage.*
- 12) *D'après le tableau précédent, justifier le choix du cyclohexane comme solvant extracteur.*
- 13) *Quel est le pictogramme présent sur le flacon de cyclohexane ?*
- 14) *Schématiser l'ampoule à décanter. Justifier la position des phases dans l'ampoule.*
- 15) *Quelle phase va-t-on récupérer.*
- 16) *Faire un schéma annoté de la filtration.*

### IV. Analyse par Chromatographie

- Préparer une cuve couverte contenant un **éluant**. Sur une plaque de silice sur support d'aluminium, réaliser deux dépôts :
  - un d'eugénol pur (à partir d'une ou deux gouttes d'eugénol commercial)
  - un de l'eugénol extrait des clous de girofle
- Mettre la plaque dans la cuve
- Après migration, révéler le chromatogramme sous lampe UV.
- Interpréter le chromatogramme (calcul des R<sub>f</sub>, nature des dépôts...).

## Fiche matériel : Comment extraire l'Eugénol du clou de Girofle ?

Matériel :

**Paillasse élève :**

- Montage à hydrodistillation :
  - chauffe-ballon
  - support élévateur
  - tête de colonne avec thermomètre
  - réfrigérant + support
  - allonge coudée
  - éprouvette graduée de 100 mL
- Ampoule à décanter 250 mL + bouchon + support + verre à pied
- Becher 50mL
- eau distillée
- Flacon cyclohexane
- Flacon solution saturée NaCl
- Entonnoir + support + erlenmeyer
- Chromatographie sur CCM :
  - 1 pot de confiture + couvercle.
  - une feuille d'essuie-tout
  - 3 moitiés de piques en bois
  - Eluant mélange de toluène et d'éthanol à 95° (proportions volumiques respectives : 94/6).

**Paillasse professeur :**

- Lampe à UV
- Solution d'eugénol dans le cyclohexane (1mL de limonène + 4mL de cyclohexane)
- 12 plaques CCM : 4 cm × 5 cm
- Balance
- 5,0 g de clou de girofle moulu par paillasse élève
- Sulfate de magnésium anhydre