

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

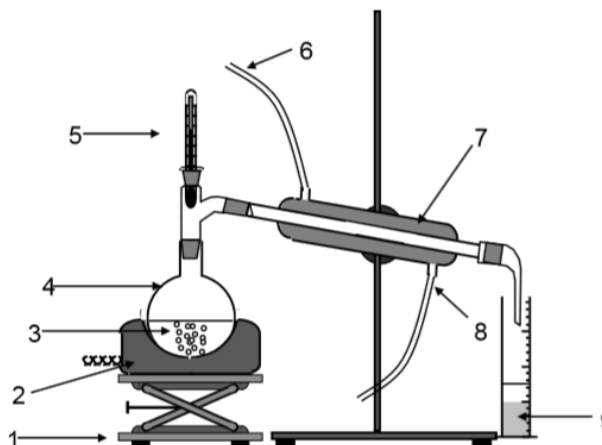
I. Protocole expérimental

- 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 béccher soit pendant environ 20 à 30 min.

II. Questions sur le montage

1. Légender le schéma ci-dessous en utilisant les 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.

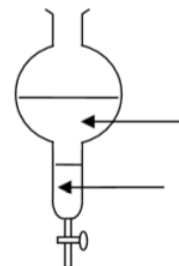
Questions

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**.