



# Chapitre 7

## Séparation et purification – Activité 5



### Fiches de synthèse mobilisées :

Fiche de synthèse Chapitre 7 Séparation et purification

Fiche de synthèse Chapitre 2 Acides et bases

### ACTIVITE 5 : L'EUGENOL DU CLOU DE GIROFLE



fiche pédagogique botanique réalisée par le pasteur Jean-Frédéric Oberlin au 18<sup>e</sup> siècle.

Musée Jean-Frédéric Oberlin à Waldersbach (Bas-Rhin)

<https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/>

Depuis plus d'un siècle, la vanilline est essentiellement produite artificiellement. La première étape de sa synthèse consiste à extraire l'eugénol du clou de girofle. Le clou de girofle est un bouton floral séché qui contient une grande quantité d'huile essentielle très riche en eugénol et en acétyl'eugénol.

#### Données à 298 K :

Nom	Formule	Solubilité			Réaction acido basique avec l'ion hydroxyde
		Dans l'eau	Dans l'eau salée	Dans le cyclohexane	
Eugénol	$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_3(\text{O-CH}_3)(\text{OH})$ noté R-OH	Peu soluble	Insoluble	Très soluble	Oui
Ion eugénate	$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_3(\text{O-CH}_3)(\text{O}^-)$ noté R-O <sup>-</sup>	Très soluble	Très soluble	insoluble	Non
Acétyl'eugénol	$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_3(\text{O-CH}_3)(\text{OCOCH}_3)$	Peu soluble	Insoluble	Très soluble	Non
Chlorure de sodium	NaCl	Très soluble	-----	insoluble	Non

Densité de l'eau :  $d_{\text{eau}} = 1,0$



Cyclohexane : solvant organique non miscible à l'eau de densité  $d_c = 0,78$

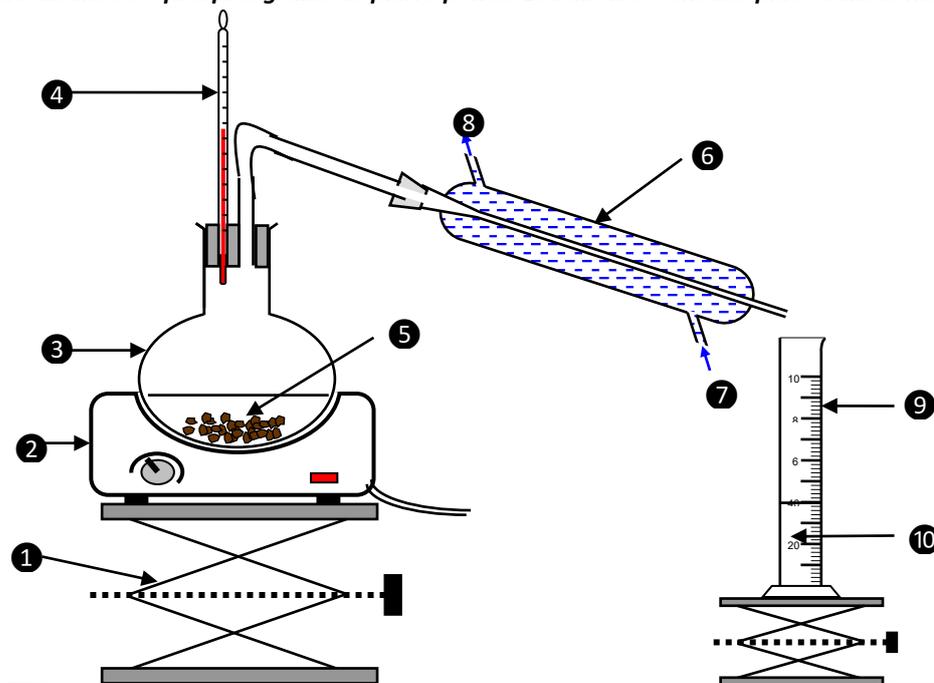
Couple acide / base : Eugénol/Eugénate  $R-OH / R-O^-$

Produit ionique de l'eau :  $K_e = 1,0 \cdot 10^{-14}$

L'extraction de l'eugénol du clou de girofle nécessite plusieurs étapes.

### 1 - Première étape : Hydrodistillation

Introduire environ 5 g de clous de girofle, préalablement pilés dans un mortier dans un ballon de 250 mL avec 100 mL d'eau distillée et quelques grains de pierre ponce. Le ballon est ensuite placé dans le montage suivant :



Porter à ébullition. Lorsque celle-ci est atteinte et qu'on commence à recueillir le distillat, noter la température. Tout en surveillant le chauffage, répondre aux questions suivantes :

1. Nommer les éléments numérotés du montage.
2. Quel est le rôle de la verrerie ⑥ ?
3. Expliquer le principe de cette hydrodistillation
4. Expliquer l'utilité de la pierre ponce.

Arrêter le chauffage lorsqu'on a obtenu environ 40 mL de distillat.

### 2 - Deuxième étape : le relargage

Le distillat obtenu est une émulsion d'huile essentielle du clou de girofle et d'eau. On y ajoute 3 g de chlorure de sodium solide. On agite jusqu'à dissolution complète du sel. On laisse décanter.

5. Écrire l'équation de dissolution du chlorure de sodium dans l'eau.
6. Expliquer le principe de cette opération de relargage.

### 3 - Troisième étape : extraction liquide – liquide



Le mélange précédent est introduit dans une ampoule à décanter avec 20 mL de cyclohexane. On agite et on laisse décanter.

7. Représenter l'ampoule à décanter ; indiquer les phases organique et aqueuse ; justifier la position des deux phases.

Eliminer la phase aqueuse. Préparer une plaque de chromatographie destinée à recevoir 4 dépôts, déposer une goutte de phase organique (PE1) ainsi qu'une goutte d'eugénole commerciale (EC) diluée dans le cyclohexane (1 goutte d'eugénole commerciale dans 5 mL environ de cyclohexane)

#### 4 - Quatrième étape : séparation de l'eugénole et de l'acétyl'eugénole

8. Justifier que la phase organique récupérée à l'étape précédente contient un mélange d'eugénole et d'acétyl'eugénole dans le cyclohexane.

Cette solution organique est à nouveau mise dans une ampoule à décanter, avec 20 mL d'une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium de concentration  $2 \text{ mol.L}^{-1}$ . PORTER GANTS ET LUNETTES. On agite, on laisse décanter et on récupère la phase aqueuse.

On renouvelle l'opération une fois avec la phase organique restée dans l'ampoule.

Les phases aqueuses sont rassemblées dans un bécher propre.

Déposer à nouveau une goutte de phase organique (PE2) sur la plaque de chromatographie.

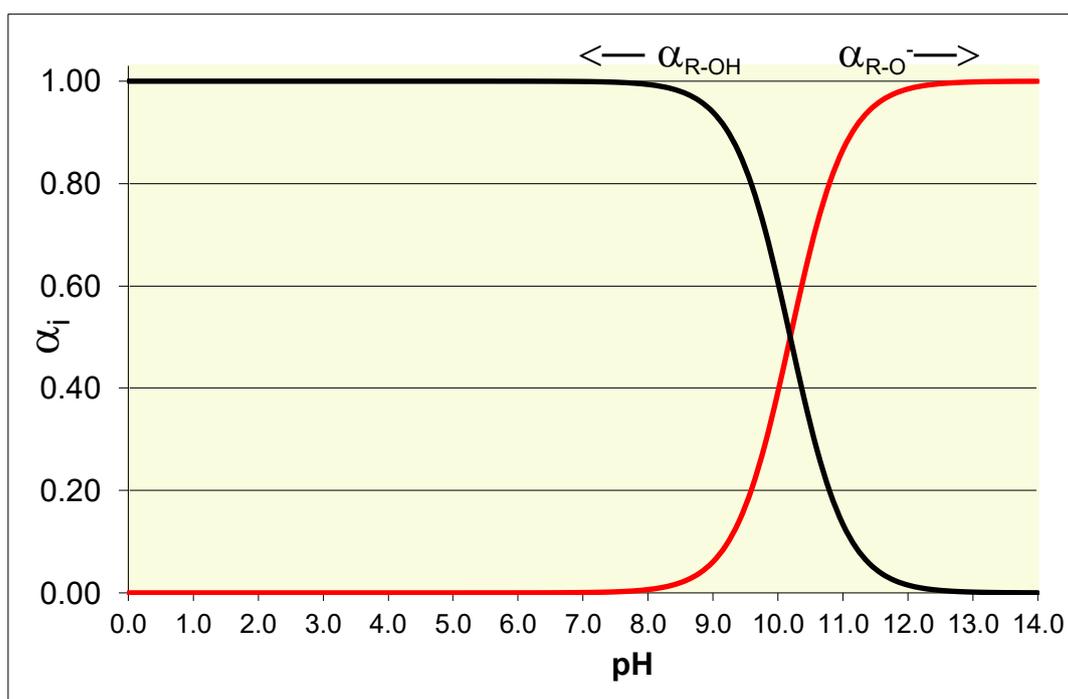


Diagramme de distribution de l'eugénole, représentant les proportions de R-OH et R-O<sup>-</sup> en fonction du pH

9. Donner la formule de la solution aqueuse d'hydroxyde de sodium.
10. En utilisant le diagramme de distribution, déterminer le pKa du couple acide-base dans lequel intervient l'eugénole. Justifier
11. En considérant les données physico-chimiques de l'acétyl'eugénole, indiquer si l'acétyl'eugénole se trouve dans la phase aqueuse ou la phase organique. Justifier.
12. Calculer la concentration d'ions oxonium  $\text{H}_3\text{O}^+$  dans la solution d'hydroxyde de sodium, puis le pH de cette dernière.
13. D'après le pH calculé et le diagramme de distribution, sous quelle forme se retrouve l'eugénole à ce pH ?
14. Écrire l'équation chimique modélisant la transformation de l'eugénole R-OH sous l'action des ions hydroxyde  $\text{HO}^-$



15. Justifier alors que l'eugénol, sous cette nouvelle forme, se retrouve dans la phase aqueuse.
16. Que faut-il faire pour retrouver alors l'eugénol sous sa forme initiale ?

***Dans la phase aqueuse recueillie, on introduit une solution concentrée d'acide chlorhydrique -PORTER GANTS ET LUNETTES- jusqu'à obtenir un pH = 1. (Contrôler au papier pH)***

17. Donner la formule de la solution aqueuse d'acide chlorhydrique.
18. Écrire les deux équations chimiques modélisant les transformations qui ont lieu dans le bécher.
19. Quel est le rôle de l'acide chlorhydrique ?

***Une nouvelle extraction liquide-liquide est réalisée avec 20 mL de cyclohexane, dans une ampoule à décanter.***

20. Quelle phase doit-on récupérer ? Pourquoi ?

***Récupérer cette phase, puis ajouter à nouveau une goutte de cette phase sur la plaque de chromatographie. La mettre à éluer dans un éluant cyclohexane / Acétate d'éthyle 5/1 Révéler le chromatogramme obtenu aux UV. L'interpréter.***

Conclure.