



## Extraction de l'huile essentielle de clou de girofle



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.

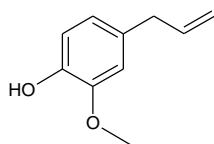
Les clous de girofle, *pimenta dioica*, sont les bourgeons non éclos et séchés du giroflier ; ce sont parmi les plus anciennes épices et drogues décrites dans l'Histoire. Le clou de girofle est connu en Chine au III<sup>ème</sup> siècle avant notre ère, en Europe seulement au XII<sup>ème</sup> siècle,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

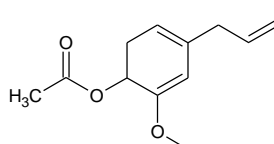
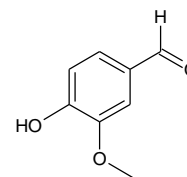
De nos jours, ils sont utilisés principalement comme épice. En Indonésie, ce produit est largement consommé dans le tabac (cigarettes Kretek : 60 % de tabac, 40 % de girofle).

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).

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.



eugénol

acétate d'eugénol  
(acétyleugénol)

vanilline

Le but de ce TP est d'extraire ces substances odorantes de clous de girofle par **hydrodistillation**.

### 1 – Principe de l'hydrodistillation

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*).

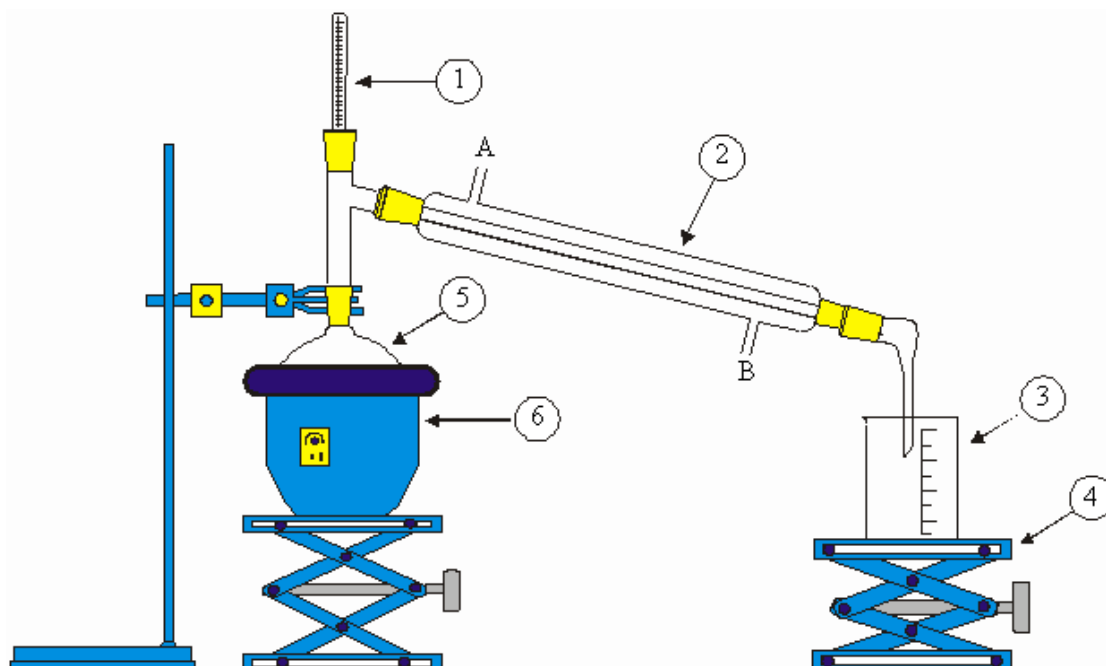
Pour isoler l'extrait, on réalise ensuite une extraction liquide-liquide.

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

### 2 – Présentation du montage

Nommer chaque partie du montage suivant.

Noter le circuit de l'essence en rouge et celui de l'eau de refroidissement en bleu.



### 3 – Hydrodistillation

#### 3.1 – Protocole expérimental

Peser dans une capsule 3,0 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 puis positionner le ballon sur le montage d'hydrodistillation (vérifier le graissage du rodage). Alimenter le réfrigérant en eau et faire chauffer à ébullition douce.

Arrêter le chauffage lorsque le volume de distillat est voisin de 60 mL et récupérer le distillat.

#### 3.2 – Exploitation

1. Quel est le rôle de la pierre ponce ?
2. Quel est le rôle de la vapeur d'eau ?
3. Quel est le rôle du réfrigérant ?
4. Comment arrête-t-on le chauffage du ballon ?
5. Quel est l'aspect du distillat ?

### 4 – Relargage

#### 4.1 – Protocole expérimental



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**.

#### 4.2 – Exploitation

D'après le tableau suivant, justifier l'utilité du relargage.

	eau	eau salée	cyclohexane	dichlorométhane	eugénol
Densité	1	1,1	0,78	1,33	~ 1,05
$\theta_{eb}$	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

#### 5 – Extraction liquide liquide

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. On réalise une deuxième extraction par solvant.

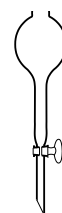
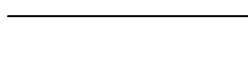
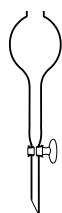
##### 5.1 – Protocole expérimental

Verser le contenu du bécher dans une ampoule à décanter. Ajouter 10 mL de cyclohexane. Réaliser l'extraction.

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 (que l'on place dans le flacon commun du groupe pour un TP suivant).

##### 5.2 – Exploitation

1. D'après le tableau précédent, justifier le choix du cyclohexane comme solvant extracteur.
2. Décrire l'extraction liquide-liquide (compléter les schémas en les annotant précisément). Justifier la position des phases dans l'ampoule à décanter.



3. Quelle phase va-t-on récupérer ?
4. Pourquoi sèche-t-on la phase organique en fin de protocole ?
5. Faire un schéma annoté de la filtration.
6. Quel est le rôle de la décantation dans l'ampoule et de la filtration ?