

Ref : 100 manipulations de chimie  
organique et inorganique  
J Nesplède, C Saluzzo  
Briat p 170

## Manipulation n°67

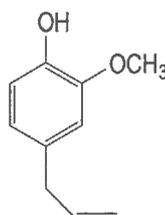
### ■ Extraction d'un phénol d'un produit naturel : l'eugénol

#### • Objectifs

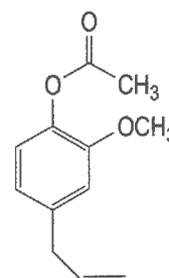
- Extraction de l'eugénol du clou de girofle.
- Caractère acide de la fonction hydroxyle du phénol
- Isolement d'un phénol et de son acétate correspondant.

#### • Réaction

L'eugénol et l'éthanoate d'eugényle sont les constituants principaux du clou de girofle. L'eugénol est le composé majoritaire. Ces deux produits peuvent être extraits par hydrodistillation.



Eugénol (1)



éthanoate d'eugényle (2)

#### • Matériel et réactifs

Extraction	Traitement	Purification	Caractérisation
Entonnoir à poudre ; mortier + pilon ; ballon bicol (250 mL) Ampoule de coulée Réfrigérant ascendant Allonge de distillation Torion ; thermomètre Chauffe-ballon ; pierre ponce Elévateur ; mortier Eprouvette de 150 mL Clous de girofle	Ampoule à décanter Bécher 2 Eriens Entonnoir en verre Ballon monocol (100 mL) Evaporateur rotatif.	Ampoule à décanter Bécher 2 Eriens Entonnoir Ballon monocol (100 mL) Evaporateur rotatif.	Cuve de CCM. Lampe U.V. I.R. Réfractomètre Banc Kofler

Composé	M	Quantité	Téb (°C)	d <sup>20/4</sup>	Tf (°C)	n <sub>D</sub> <sup>20</sup>
(1)	164,20		253,2	1,0652	- 7,5	1,5407
(2)	206,24		127-8	1,0806	30-1	1,5205
CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	84,93	3 x 20 mL	40	1,3266		1,4242
Et <sub>2</sub> O	74,12	2 x 5 mL	34,5	0,7138		1,3526

#### • Mode opératoire

##### Hydrodistillation :

Placer dans un ballon muni d'une ampoule de coulée, surmonté d'une tête de distillation comportant un thermomètre et raccordée à un réfrigérant, 5 g de clou de girofle préalablement pilé et 50 mL

d'eau. Porter le tout à reflux. Ajouter peu à peu de l'eau par l'ampoule de coulée afin de maintenir le volume d'eau dans le ballon constant.

Distiller jusqu'à obtenir environ 100 mL de distillat (récupération dans une éprouvette).

Saturer la phase aqueuse avec du sel.

Transvaser le distillat dans une ampoule à décanter et extraire par trois fois 10 mL de dichlorométhane.

Sécher les phases organiques réunies sur sulfate de sodium ou de magnésium anhydre.

Filtrer, évaporer le solvant sous pression réduite à l'aide d'un évaporateur rotatif.

Garder une goutte de liquide.

*Séparation de l'eugénol et de l'éthanoate d'eugényle.*

Dissoudre le mélange dans 10 mL d'éther et le transvaser dans une ampoule à décanter contenant 10 mL d'une solution aqueuse saturée en bicarbonate. Extraire une seconde fois la phase étherée avec 10 mL d'une solution saturée en bicarbonate. Après séchage sur sulfate de sodium ou de magnésium, l'éther de la phase organique est évaporé sous pression réduite. L'éthanoate d'eugényle est isolé.

Les phases aqueuses sont réunies puis acidifiées ( $\text{pH} \approx 1$ ) à l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique concentré. Cette solution est transférée dans une ampoule de coulée puis extraite par deux fois 5 mL d'éther. Après séchage de la phase étherée par du sulfate de sodium ou de magnésium anhydre, le solvant est évaporé sous pression réduite. L'eugénol est ainsi obtenu.

#### • Caractérisation

- CCM : éluant :  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ /alcane (90/10 v/v). Révélation par l'U.V. puis par l'iode. Déposer le mélange brut d'extraction et les composés obtenus après extraction. Pour obtenir une CCM correcte diluer très fortement l'eugénol avant de le déposer sur la plaque de silice.
- Infra-Rouge sur film.
- Mise en évidence de la double liaison : décoloration d'une solution de brome dans du dichlorométhane.
- Point de fusion de l'éthanoate d'eugényle.
- Indice de réfraction.

#### • Remarques

Le sel permet d'effectuer un relargage. Si, après évaporation, la phase contenant l'éthanoate d'eugényle ne conduit pas à un solide, c'est qu'il existe des traces d'eugénol, le mettre en évidence par CCM.

#### • Sécurité

Le dichlorométhane est un liquide nocif par inhalation qui touche les centres nerveux. Il doit être manipulé sous la hotte. Les solutions d'acide chlorhydrique sont corrosives et peuvent provoquer de graves brûlures. Les vapeurs de ces acides sont irritantes pour les voies respiratoires. Travailler sous la hotte ventilée.