Spécialité : L'extraction de l'eugénol du clou de girofle

Bac S 2010 Inde (Pondichéry) (ancien programme) · Exercice 4 **4 points** **Durée conseillée 52 min**

1.1 Quel nom porte le montage dans lequel est placé le ballon ?

Le ballon contient de l'eau et la poudre de clou de girofle ; les vapeurs formées sont condensées puis recueillies.

C'est un montage d'**hydrodistillation**.

PIÈGE
Ne pas répondre « chauffage à reflux » : dans un reflux, le réfrigérant est vertical et le liquide condensé retombe dans le ballon. Ici il est incliné et le liquide sort du montage.

1.2 Nommer, sur l'annexe 1, les éléments numérotés du montage.

- 1 : support élévateur
- 2 : chauffe-ballon
- 3 : réfrigérant droit (réfrigérant à eau)
- 4 : erlenmeyer, qui recueille le distillat

1 : support élévateur ; 2 : chauffe-ballon ; 3 : réfrigérant droit ; 4 : erlenmeyer.

COMPRENDRE
Le support élévateur est une sécurité : en l'abaissant, on écarte tout de suite le chauffe-ballon du ballon si l'ébullition s'emballe.

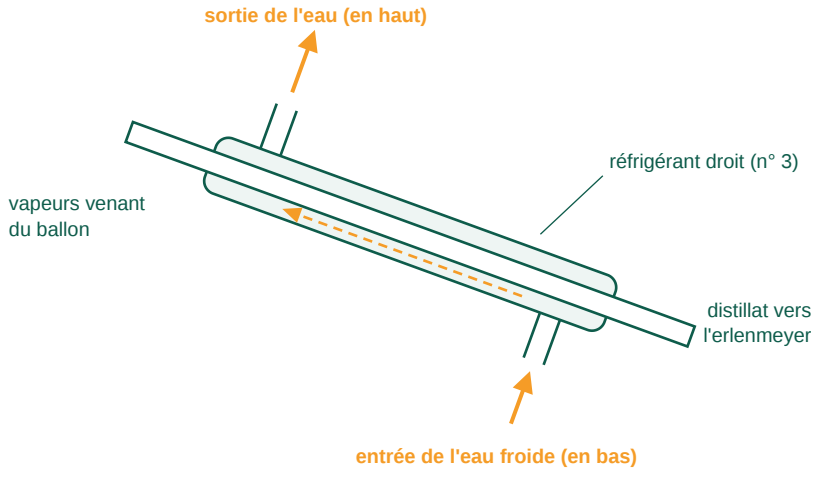
1.3 Indiquer, sur l'annexe 1, le sens de circulation de l'eau dans la verrerie n° 3. Quel est le rôle de cette verrerie ?

L'eau froide entre par la tubulure la plus basse du réfrigérant (côté erlenmeyer) et ressort par la tubulure la plus haute (côté ballon).

Les vapeurs qui sortent du ballon se refroidissent au contact de la paroi froide du tube intérieur.

Le réfrigérant **condense les vapeurs** : elles redeviennent liquides et s'écoulent dans l'erlenmeyer.

MÉTHODE
Dans tout réfrigérant, l'eau entre par le bas et sort par le haut : le manchon reste ainsi plein d'eau, sans poche d'air, et le refroidissement est efficace sur toute la longueur.



1.3 · Annexe 1 complétée : circulation de l'eau dans le réfrigérant (verrerie n° 3)

1.4 Expliquer l'utilité de la pierre ponce.

La pierre ponce **régularise l'ébullition** : les bulles de vapeur se forment sur ses grains, ce qui évite les à-coups et les projections de liquide dans le ballon.

2.1 Écrire l'équation de dissolution du chlorure de sodium dans l'eau.

Le chlorure de sodium est un solide ionique ; il se dissocie en ions dans l'eau.

$$\mathrm{NaCl(s) \longrightarrow Na^+(aq) + Cl^-(aq)}$$

PIÈGE
Ne pas faire figurer $\mathrm{H_2O}$ parmi les réactifs : l'eau est le solvant, elle apparaît seulement dans la mention (aq). Les états physiques sont attendus.

2.2 Expliquer le principe de l'opération de relargage.

Données utiles eugénol et acétyleugénol : peu solubles dans l'eau, insolubles dans l'eau salée

L'eugénol et l'acétyleugénol sont peu solubles dans l'eau : une petite partie reste donc dissoute dans l'eau du distillat. D'après le tableau, ils sont insolubles dans l'eau salée.

En dissolvant du sel, on rend ces espèces insolubles dans la phase aqueuse : elles la quittent et rejoignent l'huile essentielle, ce qui améliore la séparation des deux phases.

COMPRENDRE
Le relargage ne crée rien : il déplace vers l'huile essentielle ce qui restait dissous dans l'eau. Il prépare l'extraction par l'éther en limitant les pertes.

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

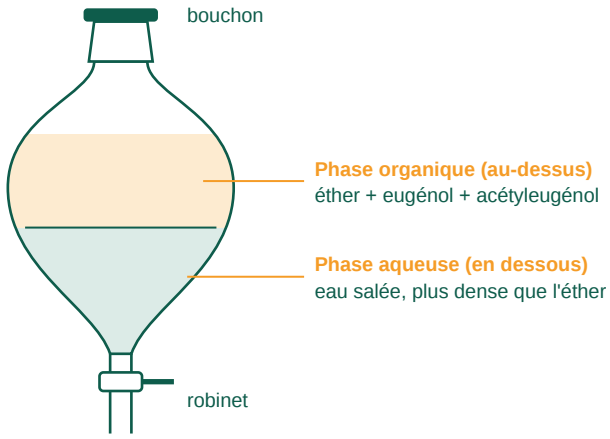
Données utiles $d_{\text{eau}} = 1$; $d_E = 0{,}71$; éther non miscible à l'eau

L'éther n'est pas miscible à l'eau : on observe deux phases. L'eugénol et l'acétyleugénol, très solubles dans l'éther et insolubles dans l'eau salée, passent dans l'éther.

$d_E = 0{,}71 < d_{\text{eau}} = 1$: la phase la moins dense surnage.

La **phase organique** (éther) est **au-dessus**, la **phase aqueuse** (eau salée) est **en dessous**.

PIÈGE
La justification attendue est la comparaison des densités, pas la solubilité. Un schéma sans légende ou sans comparaison chiffrée ne rapporte pas tous les points.



3 · Ampoule à décanter après décantation

4.1 Donner la formule de la solution aqueuse d'hydroxyde de sodium.

$$\mathrm{Na^+(aq) + HO^-(aq)}$$

PIÈGE
Écrire NaOH désigne le solide. En solution, les ions sont dispersés : on écrit les deux ions avec la mention (aq).

4.2 L'acétyleugénol se trouve-t-il dans la phase aqueuse ou dans la phase organique ? Justifier.

Données utiles acétyleugénol : peu soluble dans l'eau, très soluble dans l'éther, pas de réaction acido-basique avec HO^-

L'acétyleugénol ne réagit pas avec les ions hydroxyde : il n'est pas transformé. Il est peu soluble dans l'eau et très soluble dans l'éther.

L'acétyleugénol reste dans la **phase organique** (éther).

4.3 Écrire l'équation chimique modélisant la transformation de l'eugénol R-OH en ion eugénate R-O^-.

Données utiles couple $R-OH\,/\,R-O^-$; l'eugénol réagit avec l'ion hydroxyde

L'eugénol est l'acide du couple $R-OH\,/\,R-O^-$; il cède un ion H^+ à la base HO^- (couple $H_2O\,/\,HO^-$).

$$R-OH + HO^-\,(aq) \longrightarrow R-O^-\,(aq) + H_2O\,(l)$$

COMPRENDRE
C'est le cœur de la séparation : l'ion eugénate, très soluble dans l'eau et insoluble dans l'éther, passe en phase aqueuse, alors que l'acétyleugénol reste dans l'éther.

4.4.1 Donner la formule de la solution aqueuse d'acide chlorhydrique.

$$H_3O^+\,(aq) + Cl^-\,(aq)$$

PIÈGE
HCl est le chlorure d'hydrogène, un gaz. Dans l'eau, il est entièrement transformé en ions oxonium et chlorure.

4.4.2 Écrire les deux équations chimiques modélisant les transformations qui ont lieu dans le bécher.

Données utiles le bécher contient les ions $R-O^-$ et les ions HO^- en excès

Les ions oxonium réagissent avec les deux bases présentes dans le bécher.

Avec les ions hydroxyde restants : $H_3O^+\,(aq) + HO^-\,(aq) \longrightarrow 2\,H_2O\,(l)$

Avec les ions eugénate :
$R-O^-\,(aq) + H_3O^+\,(aq) \longrightarrow R-OH + H_2O\,(l)$

$H_3O^+ + HO^- \longrightarrow 2\,H_2O$ et $R-O^- + H_3O^+ \longrightarrow R-OH + H_2O$

MÉTHODE
Avant d'écrire une réaction dans un mélange, faire l'inventaire des espèces présentes. La soude a été versée en excès à l'étape 4 : il reste des ions HO^-, d'où la seconde réaction.

4.4.3 Quel est le rôle de l'acide chlorhydrique ?

Données utiles pH final égal à 1

L'acide neutralise d'abord l'excès d'ions hydroxyde, puis transforme les ions eugénate en eugénol.

L'acide chlorhydrique sert à **reformer l'eugénol R-OH** à partir de l'ion eugénate.

COMPRENDRE
Un pH de 1 montre que l'acide est en excès : tous les ions eugénate ont été transformés. L'eugénol, peu soluble dans l'eau, pourra alors être extrait par l'éther.

5 Une nouvelle extraction liquide-liquide est réalisée avec l'éther. Quelle phase doit-on récupérer ? Pourquoi ?

Données utiles eugénol : peu soluble dans l'eau, très soluble dans l'éther ; $d_E = 0{,}71$

L'eugénol reformé est très soluble dans l'éther et peu soluble dans l'eau : il passe dans l'éther.

On récupère la **phase organique** (phase supérieure), qui contient l'eugénol.

PIÈGE
À l'étape 4, on gardait la phase aqueuse (ion eugénate) ; ici, on garde la phase organique (eugénol). Se demander à chaque fois sous quelle forme se trouve l'espèce cherchée.

6 Interpréter en justifiant le chromatogramme obtenu.

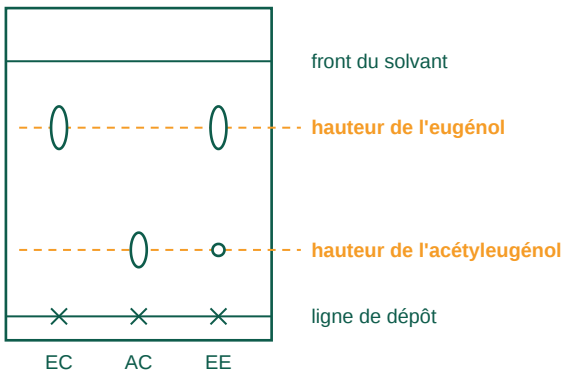
Le dépôt EE donne deux taches : l'eugénol extrait contient deux espèces, il n'est pas pur.

La tache la plus haute, la plus grosse, est à la même hauteur que celle de l'eugénol commercial EC : l'extrait contient bien de l'eugénol.

La petite tache est à la même hauteur que celle de l'acétyleugénol commercial AC : il reste un peu d'acétyleugénol.

L'extrait contient de l'**eugénol** et des traces d'**acétyleugénol** : la séparation n'a pas été totale.

MÉTHODE
Lecture d'une CCM : en vertical, le nombre de taches d'un dépôt donne le nombre d'espèces ; en horizontal, deux taches à la même hauteur correspondent à la même espèce.



6 · Chromatogramme du sujet : les deux taches de EE comparées aux références