Catherine Gauthier-Lamoureux et Jade Péloquin

Chimie organique

202-3C5-SO

Groupe 0001

LABORATOIRE

ENTRAÎNEMENT À LA VAPEUR

Travail présenté à

Monsieur Philippe Rocheleau

Cégep de Sorel-Tracy

Le 21 décembre 2018

INTRODUCTION

Il existe plusieurs techniques d’isolement et de purification. Par exemple, la recristallisation est utile pour décontaminée les composés obtenus par synthèse organique. La distillation est aussi une technique d’isolement usuelle, qui consiste à condenser les vapeurs d’un mélange dans un tube réfrigérant pour former un distillat. L’extraction est un autre exemple de cette catégorie de techniques, probablement une des plus anciennes méthodes chimiques de l’homme. On l’utilise pour préparer du café ou encore pour produire des médicaments par l’extraction de certains composés présents dans les plantes. En ce qui concerne l’expérience faisant le sujet de ce rapport, la technique utilisée est l’entraînement à la vapeur. Le but consiste à isoler de l’eugénol présent dans l’huile de clou de girofle grâce à cette méthode, puis de mesurer l’indice de réfraction du produit et de tracer son spectre infrarouge. Pour ce faire, on procède par l’entraînement à la vapeur, soit la distillation d’un mélange hétérogène d’eau et de l’huile de clou de girofle. Ce processus est expliqué davantage ci-dessous.

THÉORIE

D’abord, lors de l’entraînement à la vapeur, la codistillation est nécessaire pour séparer un mélange formé d’eau et de produits organiques peu volatils et non miscibles avec l’eau. Pour permettre cette codistillation, de la chaleur est requise. C’est la vapeur d’eau qui la fournira, en étant introduite graduellement dans le composé organique. La vapeur d'eau emporte alors les constituants volatils du composé, puis la vapeur contenant le composé, souvent de l’huile essentielle, est condensée par refroidissement. L’apparence trouble du distillat s’explique par le fait que la vapeur d’eau et des composés organiques distillent. On sait que l’entraînement à la vapeur est terminé quand le distillat devient limpide, ce qui signifie que seulement la vapeur d’eau condense. Par la suite, pour séparer les composés de l’eau, on procède par une extraction liquide-liquide.

Pourquoi avoir recours à l’entraînement à la vapeur ? Entre autres parce qu’elle évite la décomposition du composé. En effet, puisque la température de distillation est inférieure à celle d’ébullition de l’eau, soit de 100°C, le composé est entraîné par les vapeurs d’eau à des températures plus basses que sa température d’ébullition, donc sa structure n’est pas affectée.

Pour cette expérience, après avoir procédé à l’entraînement à la vapeur de l’huile de clou de girofle, on retrouve un distillat formé d’eau, d’eugénol et un peu d’acétyleugénol. On procède alors à une extraction liquide-liquide du distillat avec de l’éthoxyéthane afin de séparer les molécules. L’éthoxyéthane, étant peu soluble dans l’eau, est un bon choix de solvant d’extraction. Or, l’eugénol est peu polaire, donc peu soluble dans l’eau, car une molécule peu polaire a peu d’affinité avec une molécule polaire, dû à l’absence de forces dipôle-dipôle. L’eugénol est beaucoup plus miscible avec l’éthoxyéthane, qui est apolaire, donc les deux molécules présentent une grande affinité. D’ailleurs, des forces de London sont présentes entre l’eugénol et l’éthoxyéthane dues au fait que l’éthoxyéthane soit apolaire et qu’il crée un dipôle instantané dans la molécule d’eugénol et un dipôle induit dans sa propre molécule. Des ponts hydrogène sont aussi présents entre les électrons libres de l’oxygène de l’éthoxyéthane et les atomes d’hydrogène du groupement alcool de l’eugénol. Ces forces augmentent leur miscibilité. En bref, la grande affinité entre l’éthoxyéthane et l’eugénol causée par leur polarité semblable fait en sorte que l’eugénol est beaucoup plus miscible avec cette molécule qu’avec l’eau. Donc, lors de l’extraction liquide-liquide, l’eugénol se solubilise dans l’éthoxyéthane et se sépare de l’eau. Celle-ci, ayant une masse volumique de 0,997 g/cm3, se retrouve au bas de l’ampoule à décanter, tandis que l’éthoxyéthane, ayant une masse volumique de 0,71 g/cm3, donc qui est moins dense, se retrouve au-dessus, avec l’eugénol. On récupère ensuite l’eugénol et l’éthoxyéthane, puis on procède à une distillation pour éliminer l’éthoxyéthane de l’eugénol. La pureté de cette molécule peut ensuite être analysée grâce à son indice de réfraction et son spectre infrarouge.

RÉSULTATS

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Masse de clou de girofle (g ± 0,0001) | Masse d’huile de clou de girofle (g ± 0,001) | Rendement de récupération ( | Indice de réfraction répertorié à 19 °C | Indice de réfraction mesuré à 22 °C |
| 19,9999 | 1,946 | 97,3% | 1,544[[1]](#footnote-1) | 1,536 |

Spectre IR :



DISCUSSION

Pour ce qui est du spectre infrarouge, plusieurs groupements fonctionnels ont été identifiés grâce aux nombres d’ondes de vibration des différentes liaisons chimiques. Ces groupements sont alcane (liaisons C-H), alcène (liaisons C=C), composé aromatique (liaisons =C-H et C=C), alcool (liaisons O-H avec ponts H), aldéhyde (liaisons C-H), ester (liaisons C-O) et éther (liaisons C-O). Les bandes d’absorption entre 500 cm-1 et 1000 cm-1 et quelques-unes entre 1000 cm-1 et 1500 cm-1 sont susceptibles d’être des impuretés, puisqu’elles contiennent des groupements fonctionnels qui ne sont pas retrouvées dans la molécule de départ. Pour ce qui est de la pureté, l’indice de réfraction mesuré est près de la valeur répertoriée, ce qui veut dire que le produit obtenu détient une pureté acceptable. L’indice de réfraction répertorié a été mesuré à 19 °C et celui mesuré en laboratoire à 22 °C. On doit alors soustraire 0,00135 à l’indice de réfraction répertorié, puisqu’il diminue de 0,00045 quand la température augmente de 1 °C. Cela donne donc un indice de 1,5425. Pour ce qui est de la masse du produit final, la masse attendue était de 2,0 g et la masse obtenue expérimentalement est de 1,946 g, ce qui résulte en un rendement de récupération de 97,3%. Les résultats obtenus divaguent des valeurs attendues à cause d’erreurs possibles survenues durant l’expérience. La jonction de la tête à distiller avec le tube réfrigérant n’était peut-être pas parfaitement étanche, donc de la vapeur a pu s’échapper. Par la suite, il y a peut-être eu des projections de clou de girofle solide dans le tube réfrigérant, puisque le contenant a surchauffé durant un moment, ce qui a pu causer des pertes de solide.

CONCLUSION

Le but a bel et bien été atteint, celui qui consistait à isoler de l’eugénol présent dans l’huile de clou de girofle par entraînement à la vapeur, puis de mesurer l’indice de réfraction du produit et de tracer son spectre infrarouge. La masse de clou de girofle de départ était de 19,9999 g et après avoir isoler l’huile de clou de girofle, la masse obtenue était de 1,946 g. L’objectif était d’obtenir 2,0 g d’huile, donc on obtient un rendement de récupération de 97,3%, ce qui est très acceptable. L’indice de réfraction mesuré était de 1,536 à 22 °C et celui répertorié de 1,5425 à 22 °C, alors on peut affirmer que l’huile obtenue a une pureté acceptable, puisque son indice de réfraction se rapproche de la valeur théorique. Finalement, le produit final contenait quelques impuretés, mais les groupes fonctionnels observés sur le spectre infrarouge correspondent, à l’exception de quelques-uns, à la molécule de départ.

Références :

* Flamand, E. et Bilodeau, J., Chimie organique, expériences de laboratoire, 2e éd. corr., Modulo Griffon, Montréal (Québec), 2008, 106 pages.
* <http://www.lct.jussieu.fr/pagesperso/fuster/1C001/forces-inter.pdf>
* J. G. Speight, Norbert Adolph Lange, *Lange's handbook of chemistry*, McGraw-Hill, 2005, 16e éd., 1623 p., p. 2.289

1. J. G. Speight, Norbert Adolph Lange, *Lange's handbook of chemistry*, McGraw-Hill, 2005, 16e éd., 1623 p., p. 2.289 [↑](#footnote-ref-1)