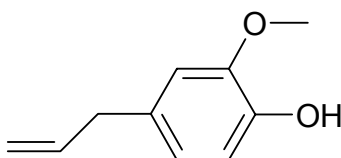


Esperienza
3

ESTRAZIONE DELL'EUGENOLO DAI CHIODI DI GAROFANO PER DISTILLAZIONE IN CORRENTE DI VAPORE

Gli oli essenziali sono i componenti volatili associati all'aroma di molte piante. Tra questi, l'eugenolo è il costituente principale dell'olio di chiodi di garofano ed è inoltre presente nella noce moscata, nella cannella e nell'alloro. È un composto aromatico costituito da un gruppo fenolico, uno etereo e una catena laterale insatura; la sua formula di struttura è riportata di seguito:



Schema 1. Eugenolo

L'eugenolo ha un forte odore di chiodi di garofano ed un sapore piccante. È utilizzato nell'industria farmaceutica come antisettico ed analgesico ed trova impiego anche nell'industria profumiera. In condizioni normali è un liquido oleoso di colore giallo pallido, che bolle a 255° C e fonde a -9° C; è insolubile in acqua e solubile nei più comuni solventi organici. Nonostante il suo alto punto di ebollizione l'eugenolo distilla assieme all'acqua quando una miscela di chiodi di garofano ed acqua viene scaldata all'ebollizione. Questo tipo di distillazione, chiamata *in corrente di vapore*, è una metodica molto utilizzata per separare sostanze volatili insolubili in acqua da materiale non volatile.

Le distillazioni in generale permettono di separare un liquido volatile da una sostanza non volatile oppure liquidi diversi aventi punto di ebollizione diversi. In quest'ultimo caso la distillazione viene detta *frazionata*. Quando il liquido da separare ha un punto di ebollizione relativamente elevato, può essere conveniente eseguire una distillazione a *pressione ridotta*. In questo modo si abbassa la temperatura necessaria per l'ebollizione, rendendo il processo più veloce e riducendo il rischio che eventuali composti termolabili decompongano.

Nel caso di oli essenziali è comune procedura utilizzare il metodo della *distillazione in corrente di vapore*. Questo si basa sul principio che l'emulsione di due liquidi **immiscibili**, mantenuta sotto agitazione meccanica, genera una tensione di vapore P pari alla somma delle

tensioni di vapore dei singoli componenti, come se questi fossero contenuti in recipienti separati. Quindi, nel nostro caso:

$$P_{\text{emuls}} = P_{0(\text{acqua})} + P_{0(\text{eugenolo})}$$

Quando si riscalda l'emulsione, questa bolle alla temperatura alla quale *somma* delle tensioni di vapore eguaglia la pressione esterna, ossia quando $P_{\text{emuls}} = P_{\text{ext}}$. Essendo la tensione di vapore totale P_{emuls} maggiore di quella di ciascun componente, l'emulsione bollerà a temperatura inferiore a quella dei singoli componenti puri. È questo il principio base della distillazione in corrente di vapore, che permette di distillare composti organici insolubili in acqua e termicamente labili ad una temperatura inferiore a quella del loro normale punto di ebollizione. Qualora le sostanze organiche siano particolarmente sensibili alla temperatura, si può abbassare ulteriormente la temperatura di ebollizione dell'emulsione riducendo la pressione con una pompa da vuoto (Fig. 1). Si noti che, siccome la composizione del distillato sarà in ogni caso proporzionale alle tensioni di vapore dei singoli componenti, sostanze oleose di bassa volatilità distillano con scarsa abbondanza.

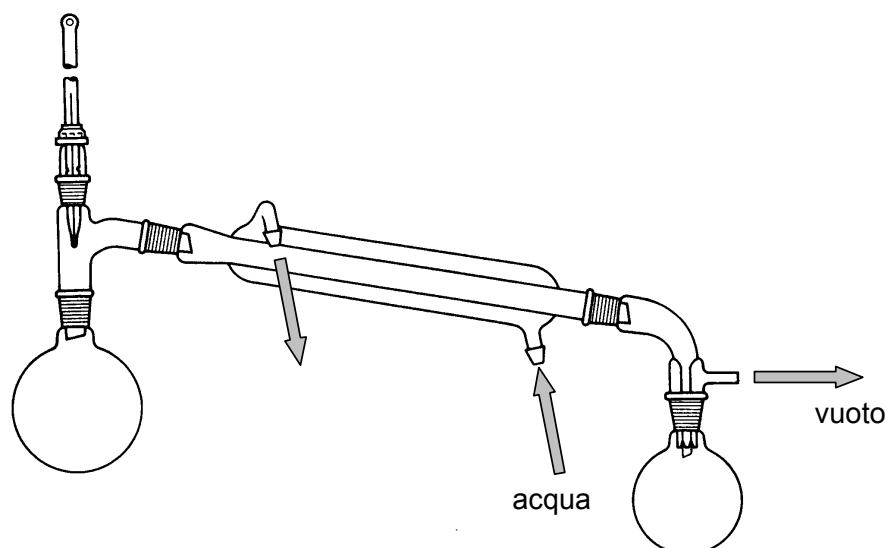


Figura 1. Apparecchio per distillazione in corrente di vapore, con opzione per operare a pressione ridotta.

Materiali

- 5 g di chiodi di garofano
- acqua distillata
- diclorometano
- Na_2SO_4
- apparecchiatura per distillazione
- imbuto separatore e beute
- materiale per analisi TLC (lastrine, capillari, camera di eluizione, eluenti)

Procedura

Distillazione

Pesare 5 g di chiodi di garofano e frantumarli col pestello in un mortaio. Porre i chiodi di garofano schiacciati in un pallone da 250 ml con 75 ml di acqua distillata. Collegare il pallone all'apparecchiatura di distillazione (vedi Fig. 1) e riscaldare la sospensione all'ebollizione. Nella fase iniziale procedere con cautela al fine di evitare il riflusso del contenuto del pallone nel recipiente di raccolta. Continuare con la distillazione fino a raccogliere 50 ml di distillato. Il distillato risulta leggermente opaco, specie all'inizio del processo di distillazione. **ATTENZIONE:** Quando si collega l'apparato di distillazione, prestare attenzione che il sistema sia aperto all'aria, al fine di evitare la formazione di una sovra-pressione all'interno del sistema (con conseguente rottura del sistema di distillazione).

Estrazione e TLC

Raffreddare il distillato a temperatura ambiente e trasferirlo in un imbuto separatore da 125 ml, estraendo tre volte con porzioni da 10 ml di diclorometano. Anidrificare la fase organica con solfato di sodio. Filtrare la soluzione in un pallone da 50 ml ed evaporare il solvente a pressione ridotta con l'evaporatore rotante. Raffreddare il residuo e procedere all'analisi TLC (eluente: diclorometano).

SCHEDA DI PREPARAZIONE ALL'ESPERIENZA

consegnare ai docenti di laboratorio, compilata, il giorno in cui inizia l'esperienza

Nome Cognome : Matricola:.....

Corso di Laurea:anno di corso:gruppo:.....

Data.....

Esperienza n. 3: Estrazione dell'eugenolo dai chiodi di garofano per distillazione in corrente di vapore.

1. Perché la miscela eugenolo-acqua bolle a temperatura inferiore rispetto a quelle dei singoli componenti puri?
2. Nell'estrazione con di diclorometano, quale delle due fasi, superiore o inferiore, è quella organica?
3. Come agisce il Na_2SO_4 con cui si trattano le fasi organiche dopo la separazione da quelle acquose?
4. Qual è l'azione della luce UV usata nell'analisi TLC?

SICUREZZA

Le sostanze chimiche utilizzate nel corso dell'esperienza N°3 sono riportate di seguito unitamente ai corrispondenti codici di rischio e sicurezza:

Eugenolo	R 22-36/37/38-42/43	S 26-36
Sodio solfato anidro	R 36/37/38	S 26-37/39
CH ₂ Cl ₂	R 40	S 23-24/25-36/37
Etere di petrolio	R 11-39-50/53-65-67	S 16-60-61-62

Dichiaro di aver preso visione di questa scheda e di aver controllato e inteso il significato dei codici di rischio e di sicurezza delle varie sostanze riportate qui sopra. Dichiaro inoltre di aver letto e compreso le procedure da utilizzare nell'esperienza, riportate nella dispensa consegnatami.

DATA: __ / __ / __

Gruppo: _____

Cognome e nome

Firma

Relazione
3

Estrazione dell'eugenolo dai chiodi di garofano per distillazione in corrente di vapore.

da consegnare ai docenti di laboratorio, compilata, al termine dell'ultimo giorno dell'esperienza

Cognome e Nome

Laurea in CHIMICA Matricola.. gruppo

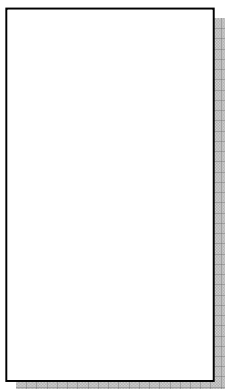
Data

Analisi TLC della miscela:

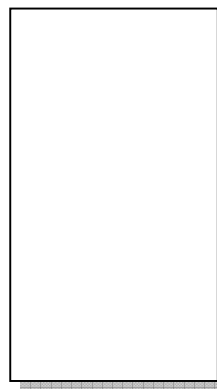
Primo eluente: cloruro di metilene

Disegno della lastra

rivelata con luce UV e Visibile:



rivelata con KMnO_4 :



R_f composto 1: _____ Metodi con cui è rivelabile: _____

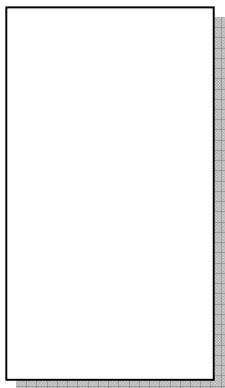
R_f composto 2: _____ Metodi con cui è rivelabile: _____

R_f composto 3: _____ Metodi con cui è rivelabile: _____

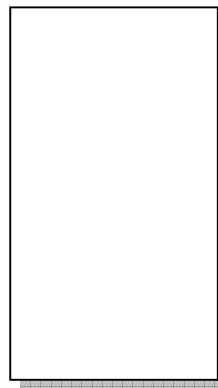
Secondo eluente: _____

Disegno della lastra

rivelata con luce UV e Visibile:



rivelata con KMnO_4 :



R_f composto 1: _____ Metodi con cui è rivelabile: _____

R_f composto 2: _____ Metodi con cui è rivelabile: _____

R_f composto 3: _____ Metodi con cui è rivelabile: _____

