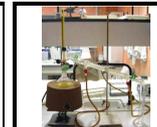


# HYDRODISTILLATION

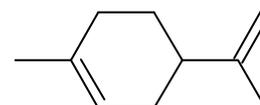


- Objectifs:**
- Réaliser l'extraction de l'huile essentielle d'orange ou de citron par hydrodistillation.
  - Identifier le limonène dans l'huile essentielle d'orange ou de citron.

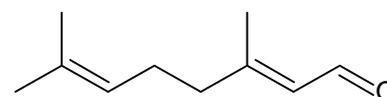
## I. EXTRACTION DE L'HUILE ESSENTIELLE D'ORANGE OU DE CITRON PAR HYDRODISTILLATION

### 1) Les huiles essentielles

- Les huiles essentielles sont des mélanges de **composés organiques odorants** utilisés en **cosmétique** ou dans l'**alimentation** comme agent de saveur.
- Les **agrumes** contiennent dans leurs zestes **des composés organiques volatils** (limonène, citral, ...). Les **formules topologiques** du **limonène** et du **citral** sont données ci-contre:

**Limonène**

- Quelles sont les formules brutes du limonène et du citral ?
- Le limonène et le citral sont des **dérivés éthyléniques**: justifier ce qualificatif.
- Quelle fonction oxygénée est présente dans le citral ? Comment peut-on la mettre en évidence expérimentalement ?

**Citral**

### 2) Principe de l'hydrodistillation

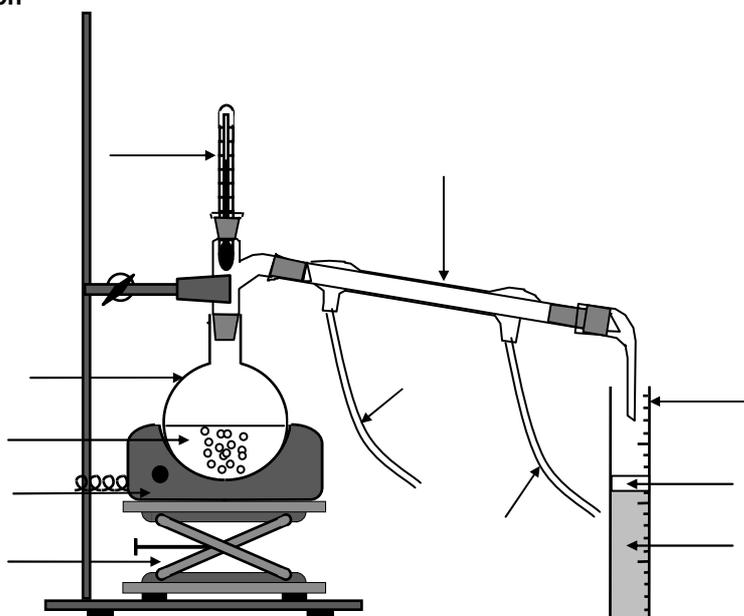
- Les composés organiques dans les agrumes sont **peu solubles dans l'eau**: ils sont donc difficiles à extraire par **macération dans l'eau** ou par **décoction dans l'eau**. D'autre part, la présence de résidus rend difficile l'**extraction** par d'autres **solvants** (comme le cyclohexane) puis la filtration.
- On préfère utiliser la technique de **l'hydrodistillation**.

L'**hydrodistillation** consiste à porter à ébullition, un mélange de zestes d'agrumes et d'eau. Sous l'action de la chaleur, les cellules des agrumes éclatent et libèrent des **composés organiques odorants et volatils**. La vapeur d'eau formée entraîne les composés organiques à l'état gazeux vers le **réfrigérant**. La **condensation** de ce mélange gazeux, provoque sa séparation en deux phases liquides:

- une **phase organique huileuse et très odorante**, appelée "**huile essentielle**", contenant la majorité des composés odorants.
- une **phase aqueuse**, odorante, appelée "**eaux aromatiques**", qui n'en contient que très peu.

### 3) Hydrodistillation de l'écorce d'orange ou de citron

- Laver **deux oranges**, ou **deux citrons**. Les éplucher en évitant de prendre la partie interne blanche de la peau, puis les couper en morceaux avec une paire de ciseaux.
- Introduire les morceaux dans le ballon et le remplir à moitié d'eau distillée.
- Réaliser le montage ci-dessus et le faire vérifier.
- Faire circuler l'eau froide dans le réfrigérant à eau, puis, à l'aide du chauffe-ballon, porter le mélange à ébullition (thermostat maximum).
- Recueillir environ **40 mL de ce distillat** et stopper le chauffage. Pendant le chauffage, répondre aux questions suivantes:



- Légender le montage d'hydrodistillation ci-contre.
- Que se passe-t-il lorsqu'on chauffe le mélange écorces d'agrumes – eau ?
- Qu'observe-t-on dans le réfrigérant à eau au cours du chauffage ? Quel est le rôle du réfrigérant à eau ?
- Que peut-on dire de la température de la phase gazeuse pendant l'ébullition ? Comparer avec celle de l'eau.
- Quel est le volume d'huile essentielle dans les 40 mL de distillat ? Conclure.

#### 4) Séparation des phases aqueuses et organiques

- Verser la totalité du distillat dans une ampoule à décanter et laisser reposer.
- Ajouter environ 20 mL d'une solution de chlorure de sodium saturée. Agiter et laisser reposer à nouveau. Faire un schéma légendé de l'ampoule à décanter et de son contenu.

	Huile essentielle	Eau	Eau salée
Densité	0,86	1,0	
Solubilité des composés organiques		Peu soluble	Insoluble



Ampoule à décanter

- a) A l'aide du tableau de données, justifier la position des phases aqueuse et organique.  
 b) Quel est l'intérêt de cette opération appelée **relargage** ?

- Lorsque les phases sont bien séparées : - évacuer la phase aqueuse dans un **erlenmeyer**  
 - recueillir l'huile essentielle dans un **minitube**.

## II. CHROMATOGRAPHIE SUR CCM DE L'HUILE ESSENTIELLE

### 1) Révélation de constituants incolores

**Principe** : si les constituants d'un mélange homogène sont **incolores**, il faut, après la chromatographie, rendre les taches visibles par "**révélation**". Pour cela, on peut:

- Plonger la plaque dans un réactif susceptible de réagir avec les espèces séparées en donnant un produit coloré (solution de permanganate de potassium par exemple).
- Placer le chromatogramme dans un récipient saturé de vapeur de diiode.
- Faire la chromatographie sur un support contenant un corps fluorescent sous UV, puis placer le chromatogramme sous une lampe à UV : si les espèces séparées absorbent les UV, elles empêchent la fluorescence là où elles se trouvent ; il apparaît donc des taches sombres sur un fond fluorescent.

### 2) Chromatographie

- Dans la cuve à chromatographie, verser **5 mL de l'éluant** (50 % cyclohexane + 50 % éther diéthylique).
- Couvrir la cuve avec une boîte de Pétri afin de permettre à son atmosphère de se saturer en vapeurs d'éluant.

#### • Échantillons:

Échantillon n°1, **solution déjà prête**: 1 mL de **limonène pur** dans 4 mL de cyclohexane

Échantillon n°2, à **PREPARER**: **huile essentielle** du minitube + 2 mL de cyclohexane.

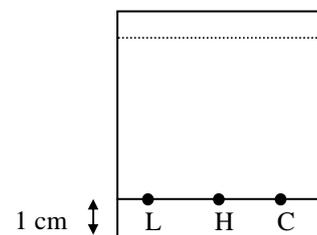
Échantillon n°3, **solution déjà prête**: 1 mL de **citral pur** dans 4 mL de cyclohexane

- Préparation de la plaque CMM: avec des piques en bois différentes faire :

1 dépôts de l'échantillon n°1 : (L) Limonène

**3** dépôts de l'échantillon n°2 : (H) Huile essentielle

1 dépôts de l'échantillon n°3 : (C) Citral



- Élution: placer la plaque dans le bécher et laisser évoluer jusqu'à ce que le front de l'éluant arrive à 5 mm du haut de la plaque. Retirer la plaque du bécher et marquer aussitôt au crayon le niveau atteint par l'éluant.

#### • Révélation:

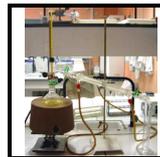
- Sortir la plaque du bécher et laisser sécher.
- Placer la plaque sous la lampe à UV et observer: noter vos observations.
- Verser un peu de solution de permanganate de potassium dans une boîte de Pétri (mettre en dessous une feuille d'essuie-tout). Plonger la plaque (face silice en dessous) en la tenant avec une pince, la sortir immédiatement et la poser sur la feuille d'essuie-tout : il apparaît des taches marron sur fond violet: laisser sécher la plaque puis entourer les taches observées.

a) Quelle(s) espèce(s) chimique(s) peut-on identifier dans l'huile essentielle ? Pourquoi ?

b) Calculer le rapport frontal du limonène (L) et du citral (C). Comparer avec la valeur donnée dans les tables pour le limonène:  $R_f = 0,90$  pour le même éluant.

TP Spé  
Chim n°2

# Hydrodistillation



## Paillasse prof :

- Lampe à UV
- Échantillons dans 2 minitubes + pique en bois:
  - Solution de limonène dans le cyclohexane
  - Solution de citral dans le cyclohexane
- Solution de  $\text{KMnO}_4$  ( $0,02 \text{ mol.L}^{-1}$ )
- 10 plaques CCM :  $4 \text{ cm} \times 5 \text{ cm}$
- Mixer

## Paillasse élève :

- 2 oranges ou 2 citrons
- couteau économe
- Montage à hydrodistillation
  - chauffe-ballon
  - pied élévateur
  - tête de colonne avec thermomètre
  - réfrigérant + support
  - allonge coudée
  - éprouvette graduée de 100 mL
- Ampoule à décanter + bouchon + support
- eau distillée
- Chromatographie sur CCM
  - 1 minitube + bouchon
  - 1 bécher de 100 mL + 1 boîte de Pétri
  - un boîte de Pétri pour le  $\text{KMnO}_4$
  - une pince en fer
  - une feuille d'essuie-tout
  - 3 moitiés de piques en bois
  - Solution de  $\text{KMnO}_4$  ( $0,02 \text{ mol.L}^{-1}$ )
  - cyclohexane