

## T.P. de chimie N°2.

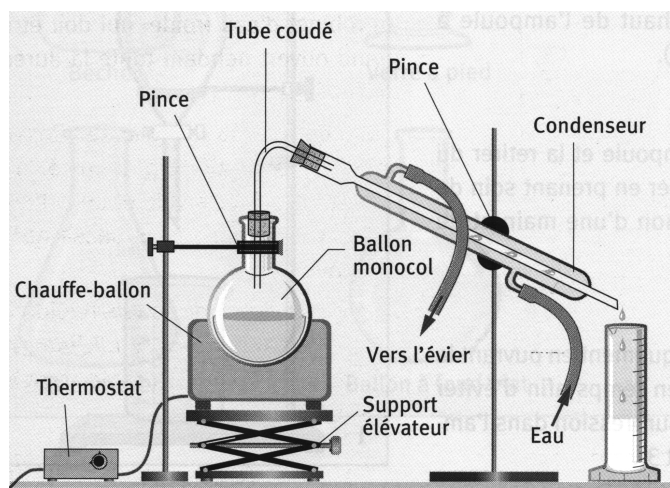
### Extraction par hydrodistillation de la lavande.

**objectif :** extraire l'huile essentielle de la lavande par une technique très ancienne : l'hydrodistillation. Identifier ces constituants.

#### 1. Hydrodistillation de la lavande.

On introduit dans un ballon 7 g de fleurs de lavande et 80 mL d'eau. Puis on chauffe à ébullition le mélange jusqu'à obtenir 50 mL de distillat.

Pour réaliser cette expérience réalise le montage ci-dessous :



- Déposer le ballon sur un valet et y introduire le mélange à chauffer. Ajouter quelques grains de pierre ponce, afin d'assurer une agitation douce pendant l'ébullition.
- Placer le ballon dans un chauffe-ballon posé sur un support élévateur. Le maintenir par une pince. Adapter sur le ballon l'ensemble tube coudé/condenseur. Maintenir le condenseur par une pince. Placer à sa sortie une éprouvette graduée, afin de récupérer le distillat.
- Adapter le tuyau d'arrivée d'eau du condenseur (celui du bas) à un robinet d'eau froide. Placer le tuyau de sortie d'eau dans l'évier.

Ouvrir doucement le robinet jusqu'à obtenir un débit suffisant.

- Vérifier le bon équilibre du montage.
- Mettre le chauffe-ballon en marche et agir sur le thermostat afin d'assurer une ébullition douce. Durant la distillation, vérifier régulièrement que le condenseur est alimenté en eau froide.
- Lorsque l'hydrodistillation est terminée, éteindre le chauffe-ballon et le descendre grâce au support élévateur. Couper ensuite l'alimentation d'eau.

**Questions :** 1. décris les phénomènes qui se déroulent au cours de l'expérience.

2. Observe le distillat : est-il odorant ? Est-il limpide ? Comment se présente-t-il ?

#### 2. Extraction de l'huile essentielle de lavande.

##### **Mode opératoire.**

- 1<sup>ère</sup> étape : Ajouter 3 grammes de chlorure de sodium au distillat obtenu et agiter pour dissoudre le sel.
- 2<sup>ème</sup> étape : Transvaser la solution obtenue dans une ampoule à décanter et y ajouter 10 mL de cyclohexane.
- 3<sup>ème</sup> étape : Agiter l'ampoule à décanter en oubliant pas de la purger assez régulièrement.
- 4<sup>ème</sup> étape : Laisser reposer.
- 5<sup>ème</sup> étape : Recueillir dans un bécher sec la phase organique.

##### **Données :**

	eau	eau salée	cyclohexane	acétate de linalyle
densité	1	1.1	0.78	0.89
solubilité dans l'eau			nulle	faible
solubilité dans l'eau salée			nulle	très faible
solubilité dans le cyclohexane	nulle	nulle		très soluble

### Questions :

1. Pourquoi ajoute-t-on du sel au distillat ?
2. Pourquoi ajoute-t-on du cyclohexane ?
3. Pourquoi faut-il agiter l'ampoule à décanter et la purger de temps en temps ?
4. Quel est le rôle de la 4<sup>ème</sup> étape ? Comment appelle-t-on cette étape ?
5. Représenter l'ampoule à décanter et y indiquer clairement la nature des deux phases.
6. Quelle phase faut-il recueillir ?

### 3. Chromatographie de l'essence de lavande.

#### Principe de la chromatographie sur couche mince.

La CCM est une méthode permettant de contrôler la pureté d'une substance, de séparer les constituants d'un mélange et éventuellement de les identifier.

Le mélange est fixé sur un support appelé *phase stationnaire* (un gel de silice déposé en couche mince sur une plaque d'aluminium). Il est entraîné par un solvant approprié (phase mobile ou *éluant*) qui migre par capillarité sur la plaque. Les constituants du mélange se séparent par migration différentielle : chacun d'eux est d'autant plus entraîné par l'éluant qu'il est plus soluble dans celui-ci et moins absorbé par la phase stationnaire.

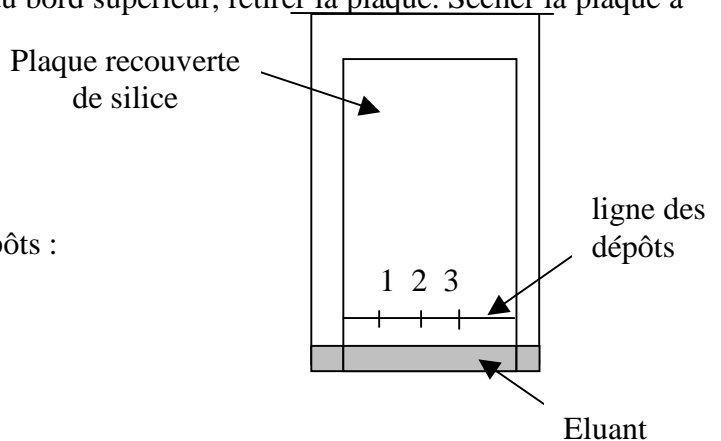
Après migration les taches doivent être révélées ; c'est la détection qui peut se faire par pulvérisation d'un réactif caractéristique ou par immersion dans un bain de permanganate de potassium ou par observation à la lumière UV si la plaque de silice comporte un indicateur de fluorescence.

#### Mode opératoire.

- Mettre de l'éluant (dichlorométhane) dans un bécher sur une hauteur de 5 à 8 mm.
- Tracer un léger (pour éviter d'abîmer la plaque) trait de crayon parallèle au bord inférieur de la plaque à une distance de 1.5 cm. Les produits sont déposés juste au dessus de cette ligne, à 1 cm du bord de la plaque et espacés de 1 cm.
- Déposer une petite quantité de solution en un point précis, on utilise des « piques apéritifs » dont le bout a été écrasé. Déposer la solution pendant une durée très brève afin d'éviter l'étalement du dépôt. Le diamètre optimal de la tache est 2-3 mm.
- Disposer la plaque dans le bécher, le dépôt doit être au-dessus du niveau de l'éluant. Recouvrir la bécher avec une plaque.
- Quand le front de l'éluant arrive à 1 cm du bord supérieur, retirer la plaque. Sécher la plaque à l'air.
- Révéler la plaque dans du permanganate de potassium.
- Entourer les taches au crayon de papier.

Sur une plaque de chromatographie réaliser 3 dépôts :

- dépôt 1 : le linalol
- dépôt 2 : l'acétate de linalyle
- dépôt 3 : essence de lavande extraite



Représente la plaque de chromatographie (avant et après l'élution)

### Questions :

Que pouvez-vous conclure en observant la plaque de chromatographie ? **Justifier la réponse.**