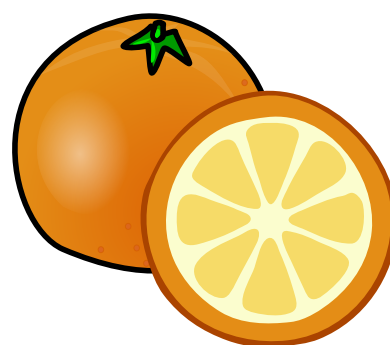


Extraction par hydrodistillation et caractérisation de l'huile essentielle d'orange

Introduction


Les huiles essentielles sont des liquides concentrés en composés aromatiques (odorants) et volatils provenant de plantes ou de fruits. Leur utilisation est connue depuis l'antiquité : des textes akkadiens datant de plus de quatre mille ans nous apprennent qu'à Babylone, on brûlait du cyprès pour enrayer les épidémies. De nos jours, ces huiles sont amplement utilisées en pharmacologie pour leurs propriétés curatives ainsi qu'en cosmétique, en parfumerie et dans l'alimentaire pour leurs propriétés odorantes. La quantité d'huile essentielle contenue dans les plantes est toujours faible, parfois très faible, voire infime. Il faut parfois plusieurs tonnes de plantes pour obtenir un litre d'huile essentielle, ce qui explique leur coût élevé. Cependant elles sont généralement diluées avant d'être utilisées à cause de leur toxicité à trop fortes concentrations : elles sont très souvent irritantes pour la peau lorsqu'elles sont utilisées pures.



L'obtention de ces huiles essentielles présente donc un enjeu industriel important et pour cela, l'eau va être un solvant de choix pour le chimiste. En effet, l'eau étant très peu chère et non toxique, elle va pouvoir être facilement utilisée en industrie en grande quantité. L'eau permet ainsi d'extraire la majorité des huiles essentielles selon deux techniques que sont l'hydrodistillation et l'entraînement à la vapeur.

Lors de ce TP, nous allons illustrer le rôle de l'eau en extrayant l'huile essentielle d'orange à l'aide d'un montage d'hydrodistillation. Nous caractériserons ensuite le composé majoritaire de cette huile : le limonène.

Précautions (à lire impérativement)

- Le port de la **blouse et des lunettes de protection** est OBLIGATOIRE pendant toute la séance (des lunettes de sécurité pourront vous être fournies au début du TP).
- Le port de **lentilles de contact** est INTERDIT.  L'accès à la salle de TP vous sera INTERDIT si vous en portez.
- L'huile essentielle d'orange étant **irritante** à trop forte concentration, elle devra être **manipulée à l'aide de gants**.
- Toute la verrerie nécessaire sera disponible sur votre paillasse. Cependant, toute la verrerie utilisée lors du TP devra être **rincée à l'eau et posée sur le chariot de vaisselle sale avant de partir**.

1 Extraction de l'huile essentielle d'orange par hydrodistillation

Le traitement industriel des oranges consiste essentiellement à en extraire le jus. Les peaux sont alors inemployées. Pourtant, elles contiennent une huile essentielle constituée de limonène pratiquement pur à environ 95%.

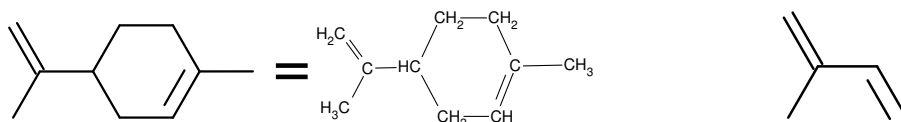


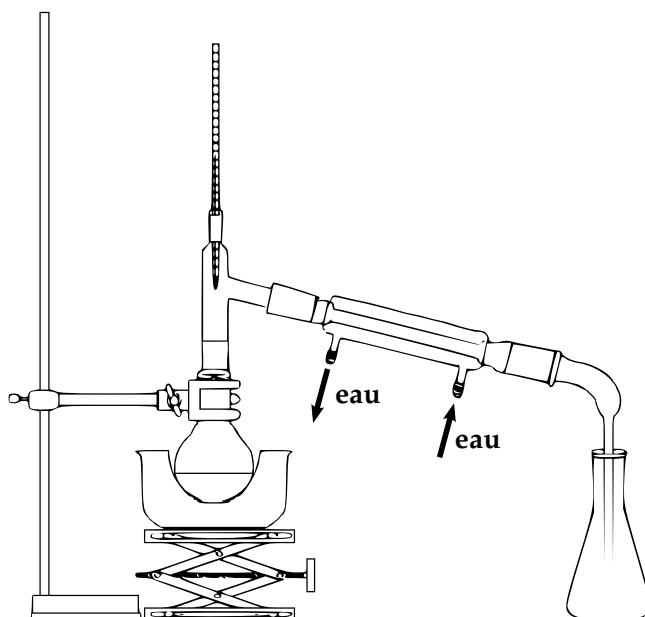
Figure 1 – A gauche le limonène, à droite, l'isoprène.

En fait, le limonène est le constituant majoritaire de toutes les huiles issues des peaux d'agrumes. Il est responsable de leur odeur caractéristique (arôme de base), l'odeur finale dépendant ensuite des autres composés minoritaires qui l'accompagnent.

Le limonène appartient à la famille des terpènes (molécules composées d'unités dérivant de l'isoprène). Ces derniers sont des médiateurs chimiques pour les plantes : ils jouent un rôle dans la communication des plantes avec d'autres espèces comme les insectes qu'ils attirent, repoussent ou paralysent. Ils exhalent aussi une variété de goûts et d'odeurs : beaucoup sont utilisés en cuisine comme saveurs ou en parfumerie.

Mode opératoire

- Remplir jusqu'à la moitié un ballon de 500 mL avec des peaux d'oranges mixées et les recouvrir avec de l'eau chaude.
- Réaliser le montage d'hydrodistillation sans le chauffage (dessin ci-dessous) et **⚠ demander à un encadrant de le vérifier.**
- Rajouter la plaque chauffante et le bain d'huile et chauffer le mélange (on réglera la plaque chauffante entre 150 et 200°).

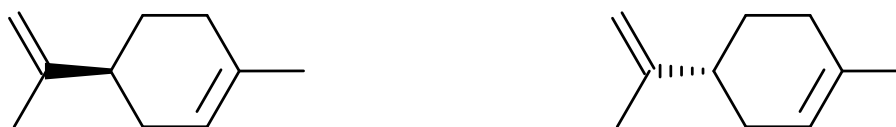


Question : Nommer sur le dessin les différents éléments qui constituent le montage.

⚠ Après le lancement du chauffage, passer directement à la partie suivante.

2 Caractérisation du limonène de l'orange

Le limonène existe sous deux formes dans la nature : le (+)-limonène et le (-)-limonène :



Ces deux molécules ont la même structure (même dessin) mais les atomes ne sont pas positionnés de la même façon dans l'espace puisque le groupement isopropényl à gauche va être soit vers l'avant, soit vers l'arrière. Ces deux composés vont ainsi interagir différemment avec leur environnement, en particulier, ils présentent des odeurs différentes : un seul des deux est en effet responsable de l'odeur de l'orange.

Pour connaître quel composé est majoritaire dans l'huile essentielle d'orange, nous allons mesurer son pouvoir rotatoire et son indice de réfraction. Pour des raisons de temps, nous allons caractériser pendant la période de chauffage un distillat précédemment préparé.

2.1 Séparation de l'huile essentielle

⚠ Rappel : Il faut porter des gants lors de la manipulation du distillat pur.

- Séparer l'huile essentielle de l'eau du distillat à l'aide d'une ampoule à décanter : on recueillera l'eau dans un erlenmeyer et l'huile essentielle dans un pilulier.
- Sécher ensuite l'huile essentielle en y ajoutant progressivement **quelques** grains de sulfate de sodium anhydre.

Questions : Ici, quel est l'intérêt d'avoir utilisé de l'eau au cours de la distillation ?

Pourquoi veut-on éliminer l'eau par la suite ?

2.2 Préparation d'une solution diluée pour la mesure du pouvoir rotatoire

- Prélever 1 mL d'huile essentielle à l'aide d'une pipette jaugée et le placer dans une fiole jaugée de 20 mL.
- Compléter avec de l'éthanol absolu jusqu'au $\frac{3}{4}$, homogénéiser puis compléter jusqu'au trait de jauge.

Appeler un encadrant pour aller mesurer le pouvoir rotatoire de cette solution.

Questions : A quoi sert l'éthanol absolu, pourquoi n'utilise-t-on pas d'eau ?

Une telle solution de (+)-limonène pur possède un pouvoir rotatoire de $+4,62^\circ$ tandis qu'une telle solution de (-)-limonène pur possède un pouvoir rotatoire de $-4,62^\circ$. Quel est le composé responsable de l'odeur d'orange ?

2.3 Mesure de l'indice de réfraction

Appeler un encadrant pour aller mesurer l'indice de réfraction de l'huile essentielle.

Question : L'indice de réfraction du (+)-limonène vaut $n_D = 1.4700$ à 24°C et 1.4715 à 20°C . Que peut on conclure de la mesure effectuée ?