

IV. HYDRODISTILLATION

Quand le mélange à purifier est constitué majoritairement d'eau et d'un autre composé **non miscible à l'eau**, une technique de distillation particulière est envisagée, appelée **hydrodistillation**. Elle est particulièrement employée pour isoler une molécule organique peu volatile à partir d'une substance naturelle (huiles essentielles, arômes, etc.).

DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Le montage est le même que celui d'une distillation simple. Le bouilleur est ici un bicol dont le col latéral est surmonté d'une ampoule d'addition isobare remplie d'eau. Cette dernière permet d'ajouter de l'eau dans le bouilleur **de sorte à être toujours en excès d'eau**.

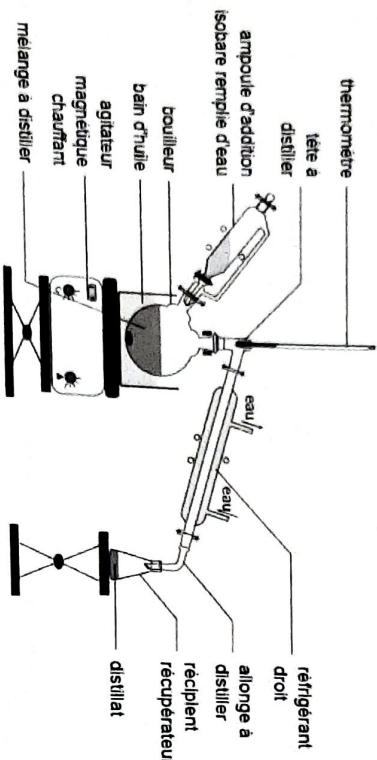


Figure 4. Montage d'hydrodistillation. — : Fixations fermes, ° : Fixations lâches, * : Clips de sécurité.

Le bouilleur contient initialement un mélange liquide hétérogène constitué d'eau et d'un composé d'intérêt A. Le système est chauffé jusqu'à apparition de la première bulle de vapeur de composition hétéroazeotrope. La vapeur monte dans la tête à distiller et se condense sur le réfrigérant à eau pour donner un liquide de même composition qui tombe dans le récipient récupérateur. Le mélange s'appauvrit donc en composé A puisque grâce à l'excès d'eau, la vapeur de composition hétéroazeotrope est plus riche en A que le mélange de départ. Ainsi, la quantité de matière de A diminue dans le bouilleur et finalement, la totalité du composé A se trouve dans le distillat.

Après démixtion, le distillat apparaît sous la forme de deux phases non miscibles séparables par simple décantation.

CAS DE L'ENTRAÎNEMENT À LA VAPEUR

La distillation d'un mélange de substances naturelles peut aussi être menée à l'aide d'un montage d'entraînement à la vapeur présenté ci-après.

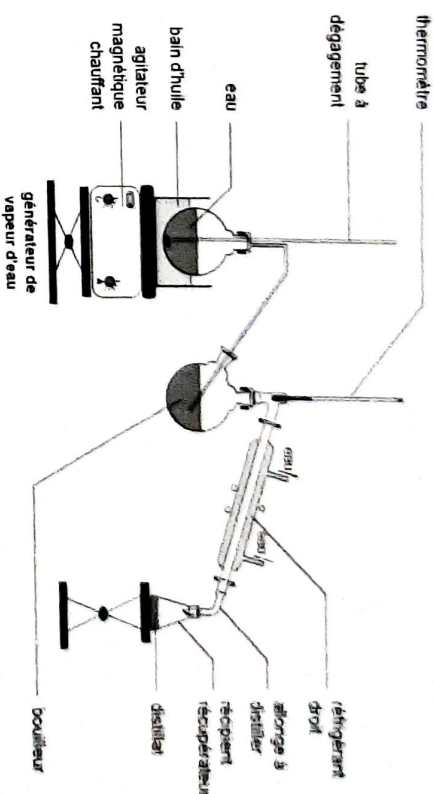


Figure 5. Montage d'entraînement à la vapeur. — : Fixations fermes, ° : Fixations lâches, * : Clips de sécurité.

Ce montage comprend un générateur de vapeur qui injecte de la vapeur d'eau dans le bouilleur contenant le composé naturel. Ce dernier, préchauffé préalablement, est chauffé par la vapeur et distillé avec elle. Le composé naturel est entraîné par la vapeur d'eau. De cette façon, il n'est pas chauffé directement. Cette méthode est donc utilisée si le composé à extraire peut se dégrader à chaud comme c'est le cas, par exemple, des essences de fleurs.

V. MISE EN ŒUVRE PRATIQUE

Selon la technique de distillation utilisée, la mise en œuvre peut varier.

- 1) Commencer par fixer fermement le bouilleur rempli avec le mélange à distiller, sans dépasser les trois quarts de sa capacité totale. Ajouter de quoi réguler l'ébullition. Réaliser ensuite le montage correspondant à la technique de distillation souhaitée.
- 2) Relier les tuyaux au réfrigérant latéral et régler le débit d'eau. Installer le système de chauffage.
- 3) Si besoin, relier le montage au système d'obtention du vide et mettre le montage sous vide.
- 4) Chauffer le mélange jusqu'à ébullition, puis régler le chauffage pour obtenir un débit régulier en sortie de réfrigérant.
- 5) Relever la température en tête de colonne (et éventuellement tracer la courbe d'analyse thermique pour un suivi plus précis). Changer le récipient récupérateur quand la température atteint un palier ou arrive à la fin d'un palier.
- 6) Arrêter le chauffage quand le (ou les) composé(s) attendu(s) a (ont) été récupéré(s) ou quand la quantité de liquide restant dans le bouilleur est insuffisante.

En chauffant excessivement le solide restant ou une solution très concentrée, il est possible de former des espèces très réactives rendant le mélange potentiellement explosif.

- 7) Retirer le système de chauffage et laisser refroidir jusqu'à température ambiante. Dans le cas d'une distillation sous pression réduite, arrêter le système d'obtention du vide une fois que le système est froid.