

TP n°1  
Extraction par hydro distillation du limonène de l'écorce d'orange

**Objectifs :**

Mettre en œuvre au cours de la séance les techniques expérimentales suivantes :

- Extraction par hydro distillation pour extraire le limonène de l'écorce d'orange.
- Décantation
- Relargage
- Déshydratation
- Identification de corps purs par chromatographie sur couche mince

Dans le but d'extraire et d'identifier le limonène contenu dans l'écorce d'orange.

l) **Hydrodistillation :**

**Principe**

Les agrumes contiennent dans leurs cellules des composés organiques odorants. Ces composés, peu solubles dans l'eau, sont difficiles à extraire par macération ou 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'hydro distillation.

On porte à ébullition, un mélange d'agrumes et d'eau. Sous l'action de la chaleur, les cellules des agrumes éclatent et libèrent des composés organiques 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:

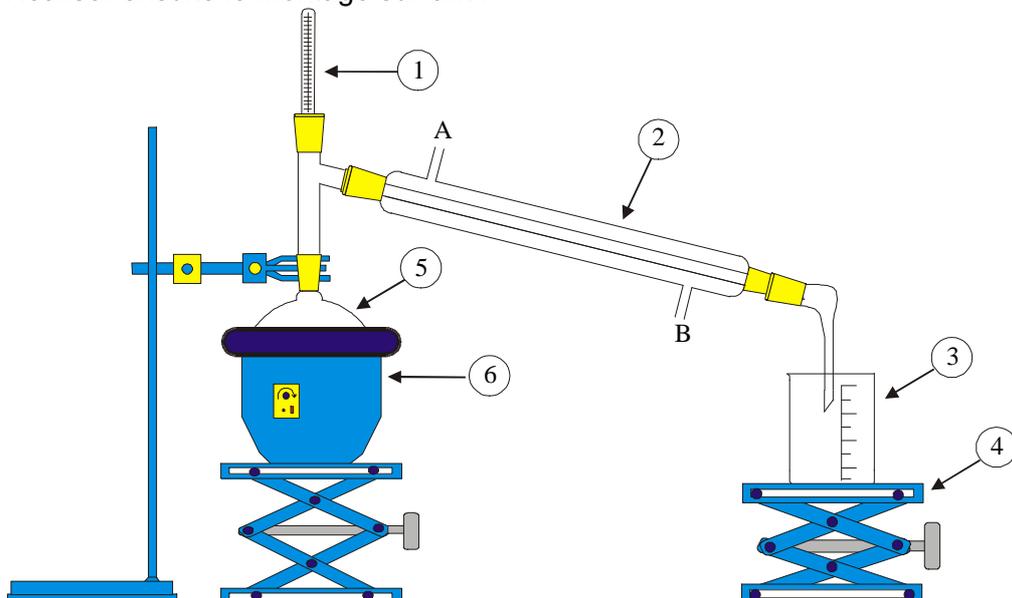
- la phase organique supérieure, huileuse et très odorante, appelée "huile essentielle", contenant la majorité des composés odorants.

- la phase aqueuse inférieure, odorante, appelée "eaux arômes", qui n'en contient que très peu.

**Mode opératoire :**

Peler une orange, passer le zeste au mixeur et placer le tout dans un ballon à fond rond de 250 mL. Ajouter environ 100 mL d'eau dans le ballon.

Réaliser ensuite le montage suivant :



Porter le tout à ébullition douce entre 50 et 60 °C : l'huile essentielle entraînée à la vapeur sera recueillie dans le bûcher où elle surnagera.

**Attention** : vous devez contrôler l'ébullition pour qu'elle ne soit pas trop forte.

### Question :

- a) légèder le montage d'hydrodistillation ci-dessus.
- b) Que se passe-t-il lorsque l'on chauffe le mélange écorce d'agrumè – eau ?
- c) Qu'observe-t-on dans le réfrigérant à eau au cours du chauffage ? Quelle est le rôle le réfrigérant à eau ?
- d) Que peut-on dire de la température de la phase gazeuse pendant l'ébullition ? Comparer avec celle de l'eau.

## II) Séparation de l'huile essentielle :

### 1. Relargage :

*Principe du relargage* : Il reste des molécules odorantes dissoutes dans la phase aqueuse. On veut les récupérer dans la phase organique. Ces molécules sont encore moins solubles dans une solution aqueuse ionique que dans l'eau pure. En ajoutant une solution ionique au distillat et en agitant, pratiquement toutes les molécules odorantes passent dans la phase organique, la phase aqueuse devenant ionique. L'opération se fait dans une **ampoule à décanter**. La solution ionique utilisée est souvent une solution de chlorure de sodium saturée.

- Que veut dire "solution saturée de chlorure de sodium" ?

### Mode opératoire :

Verser le distillat dans une ampoule à décanter. Rincer le bûcher qui le contenait avec 50 mL environ d'une solution saturée de chlorure de sodium. Ajouter cette solution au distillat. Agiter avec précaution en prenant soin de dégazer. Faire le schéma de ce protocole.

### **Remarque**

Pour récupérer les éventuelles traces d'huile essentielle encore présentes dans la phase aqueuse, on pourrait également réaliser une extraction liquide – liquide avec du dichlorométhane :

### 2. Décantation et séparation des phases :

Laisser reposer. Peu à peu les 2 liquides se séparent, le plus dense se rassemblant dans la partie inférieure. Lorsque les 2 phases sont bien distinctes, les séparer en recueillant la solution ionique dans un premier bûcher (elle sera ensuite jetée) et l'autre phase dans un deuxième petit bûcher. Faire un schéma du protocole et à l'aide du tableau de données, justifier la position des phases aqueuse et organique.

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

### **3. séchage de la phase organique**

Mettre quelques cristaux de sulfate de magnésium anhydre pour absorber les dernières gouttes d'eau qui ont pu être entraînées au cours de la décantation.

### **4. Evaporation du solvant :**

La température d'ébullition du dichlorométhane à pression ambiante est voisine de 40°C ; on peut donc l'évaporer sous la hotte en chauffant doucement le mélange au bain-marie. Verser ensuite l'huile essentielle dans un petit récipient propre et sec sur lequel vous écrirez votre nom et votre classe.