

TP 19

EXTRACTION PAR HYDRODISTILLATION DE L'HUILE ESSENTIELLE D'ORANGE

	 fiche(s) TP à maîtriser	 	 à préparer en amont
2 heures	- Fiche n° 9 : CCM - Fiche n° 11 : polarimétrie	Blouse et lunettes tout le TP	Q1 à Q6

PROGRAMME OFFICIEL :

Notions et contenus	Capacités exigibles
Séparations par distillation.	Réaliser une hydrodistillation.
Séparation de deux espèces dissoutes dans une phase liquide.	Élaborer et mettre en œuvre un protocole de séparation de deux espèces dissoutes dans une phase liquide.

L'utilisation industrielle des oranges consiste en général au pressage afin de produire des jus. Les peaux semblent alors inutiles. Au Brésil, premier producteur de jus d'orange, on estime que la moitié du tonnage des oranges utilisées finit comme déchet, soit près de 3 tonnes par an ! Pourtant, ces « déchets » présentent plusieurs intérêts. Les peaux d'orange contiennent par exemple, comme beaucoup d'agrumes, une huile essentielle constituée de R-(+)-limonène à environ 95 %. Cette molécule à l'odeur agréable peut-être extraite et utilisée ensuite en cuisine comme en parfumerie.

**Matériel à disposition :**

- ballon bicol
- réfrigérant droit
- erlenmeyer de 100 mL
- 2 erlenmeyers de 250 mL
- ampoule de coulée isobare
- chauffe-ballon
- trois supports élévateurs
- thermomètre
- allonge à distiller
- ampoule à décanter
- lampe UV

**Produits à disposition :**

- oranges entières
- eau distillée
- éthanol
- solution saturée de chlorure de sodium ($\text{Na}_{(\text{aq})}^+ ; \text{Cl}_{(\text{aq})}^-$)

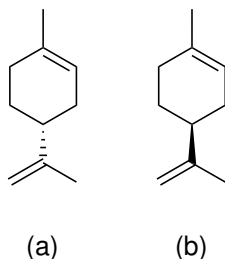
OBJECTIF(S) DU TP :

- Extraire de l'huile essentielle d'orange par hydrodistillation.
- Caractériser cette huile essentielle.

I. Partie préparatoire

Document 1 : les molécules de limonène

Le limonène est une molécule qui existe sous deux formes dans la nature : le (R)-limonène et le (S)-limonène.



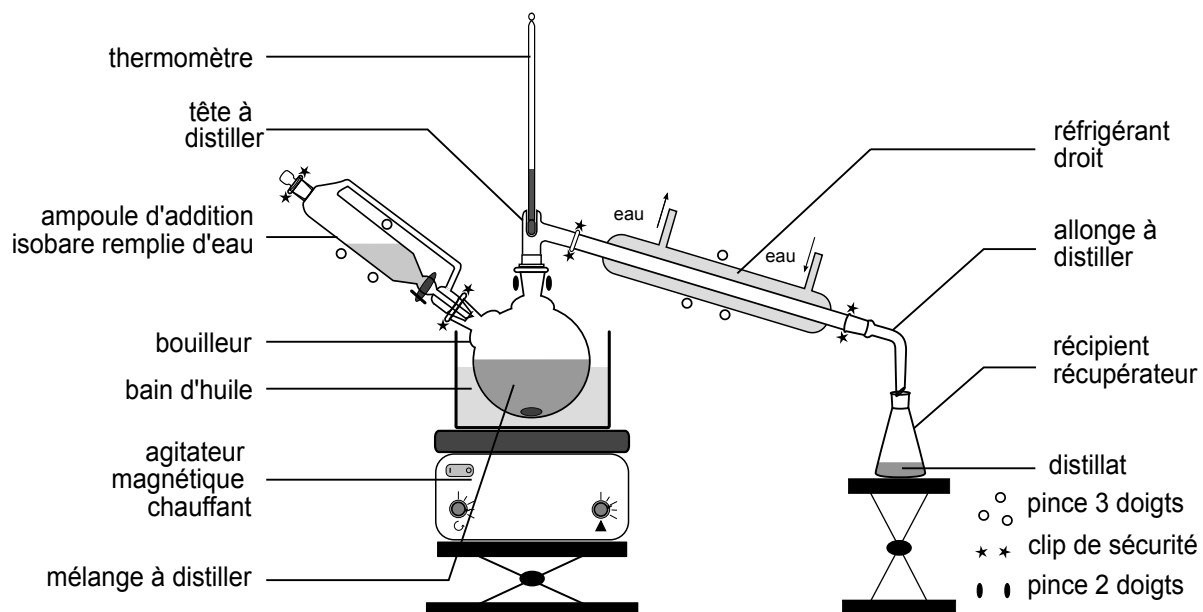
Les peaux d'orange contiennent, comme beaucoup d'agrumes, une huile essentielle constituée de (R)-limonène. Le (S)-limonène peut quant à lui être extrait de l'eucalyptus ou de la menthe poivrée, par exemple.

Question 1 - Attribuer une structure, parmi les deux structures (a) et (b) proposées dans le document 1, au (R)-limonène et au (S)-limonène. Justifier l'attribution du stéréodescripteur.

Question 2 - Nommer et justifier la relation de stéréoisomérisie qui relie le (R)-limonène et le (S)-limonène.

Lors de la mise en place du montage d'**hydrodistillation**, le ballon est fixé à la potence à l'aide d'une noix de fixation et d'une pince à une hauteur telle que le moyen de chauffage puisse être facilement retiré en positionnant le support est en position basse.

Le réfrigérant est directement relié au ballon : il est inutile d'insérer une colonne de séparation (de type VIGREUX par exemple) entre les deux.



Question 3 - Sachant que le limonène forme un hétéroazéotrope avec l'eau, **représenter** l'allure du diagramme binaire liquide-vapeur du mélange eau-eugénol. Le point hétéroazéotropique a pour coordonnée : $x_{H, \text{limonène}} = 0,11$ et $T_H = 97^\circ \text{C}$.

Question 4 - **Décrire** qualitativement ce qui est attendu lors du chauffage d'un mélange binaire eau-limonène. **Expliquer** pourquoi la colonne de VIGREUX n'est pas nécessaire dans le cas d'une hydrodistillation.

Question 5 - Expliquer si la fraction molaire en limonène dans le bouilleur doit être inférieure ou supérieure à celle de l'hétéroazéotrope pour récupérer le limonène par hydrodistillation avec un bon rendement.

II. Partie expérimentale

II.1 Hydrodistillation

Protocole à suivre

- ☞ **Éplucher** 1 ou 2 oranges et couper les peaux en carrés d'environ 1 cm de côté. Les peser puis les placer dans un bécher de gros volume avec 250 mL d'eau.
- ☞ **Broyer** les peaux à l'aide d'un mixeur plongeant.
- ☞ **Placer** le mélange obtenu dans un ballon bicol de 500 mL équipé de l'ampoule de coulée isobare remplie à moitié avec de l'eau.
- ☞ **Réaliser** le montage d'hydrodistillation. **Porter** le mélange à **ébullition**. Noter la température du début de la distillation.
- ☞ **Ajouter** de temps à autre de l'eau distillée (si besoin) grâce à l'ampoule de coulée isobare afin de maintenir dans le ballon le niveau initial. **Distiller** jusqu'à ce que le volume de distillat soit voisin de 100 mL.

Question 6 - Commenter l'aspect du distillat.

II.2 Relargage

Protocole à suivre

- ☞ **Transférer** le distillat dans une ampoule à décanter et y ajouter 3 g de chlorure de sodium environ. **Agiter** et **dégazer** régulièrement.
- ☞ **Séparer** les deux phases : **recueillir** la phase aqueuse dans un erlenmeyer (propre et sec) et la phase organique dans un pilulier.
- ☞ **Sécher** cette phase à l'aide de sulfate de magnésium anhydre.

Question 7 - Expliquer l'ajout de chlorure de sodium.

Question 8 - Indiquer ce que contient la phase récupérée après séchage, a priori.

II.3 Caractérisations

II.3.a Mesure de l'indice de réfraction

Protocole à suivre

- ☞ **Mesurer** l'indice de réfraction à l'aide de quelques gouttes de produit obtenu.

La valeur de l'indice de réfraction est tabulée à 20 °C (pour le limonène, $n = 1,4715$ à 20 °C). Cependant, les valeurs d'indices de réfraction sont fortement dépendant de la température. Pour corriger l'effet de température, il est possible d'utiliser la relation suivante :

$$n(20\text{ °C}) = n(\theta) + 0,00045(\theta - 20) \quad \text{avec } \theta \text{ en } ^\circ\text{C}$$

Question 9 - Indiquer la valeur de l'indice de réfraction mesuré. Commenter.

II.3.b Mesure du pouvoir rotatoire

Protocole à suivre

- ☞ **Prélever** 1 mL d'huile essentielle à l'aide d'une pipette jaugée et le placer dans une fiole de 20 mL.
- ☞ **Compléter** avec de l'éthanol absolu jusqu'au 3/4. **Homogénéiser** puis **compléter** jusqu'au trait de jauge.
- ☞ **Mesurer** le pouvoir rotatoire de la solution.

D'après la littérature, 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 $-4,62^\circ$.

Question 10 - Indiquer la valeur du pouvoir rotatoire de la solution. Commenter.

VAISSELLE ET ÉLIMINATION DES DÉCHETS :

- Phases organiques dans le bidon « orga ».
- Tout le reste à l'évier.

Compétences évaluées

À la fin du TP, je dois savoir...

-  Réaliser un montage d'hydrodistillation.
-  Réaliser une mesure d'indice de réfraction.

compétence	capacité	évaluation		
				
APP S'approprier	Rechercher, extraire et organiser l'information en lien avec une situation expérimentale.			
ANA Analyser	Justifier un protocole.			
REA Réaliser	Exploiter des observations, des mesures en estimant les incertitudes. Mettre en œuvre un protocole			
VAL Valider	Analyser les résultats de manière critique. Confronter les résultats d'un modèle à des résultats expérimentaux.			
COM Communiquer	Rédiger un compte-rendu de TP Utiliser un vocabulaire scientifique adapté			