

Noms :		Prénoms :		Classe :
20	Seconde	<u>Thème</u> : Utilisation des ressources de la nature	Sciences et Laboratoire	
	Extraction de l'huile essentielle d'orange par hydrodistillation			

L'huile essentielle d'orange est composée en très grande partie d'une espèce chimique organique : le **limonène** (de 91 à 97 %).

Le limonène, peu soluble dans l'eau, est difficile à extraire par macération dans l'eau. D'autre part, la présence de résidus solides rend difficile l'extraction directe par d'autres solvants comme le cyclohexane.

On préfère utiliser en laboratoire la technique de l'hydrodistillation.

*L'expérience d'hydrodistillation est **longue**. Lancer tout de suite l'expérience.
Pendant l'ébullition, il faudra répondre aux premières questions.*

I Lancement de l'hydrodistillation

- Aller chercher deux spatules d'écorces d'orange et les mettre dans un des béchers.
- Introduire ces écorces d'orange dans le ballon à fond rond en utilisant l'entonnoir. S'aider de l'agitateur ou de la pointe d'un stylo pour faire « passer » les écorces dans le ballon.
- Remplir le ballon à moitié avec l'eau distillée (ou déminéralisée).
- Positionner le ballon sur le montage d'hydrodistillation.
- Ouvrir le robinet pour mettre en route la circulation d'eau dans le réfrigérant.
- Placer une éprouvette graduée sur le support élévateur au bout du réfrigérant pour récupérer le distillat. Régler la hauteur du support élévateur pour que l'éprouvette arrive juste à la hauteur de la sortie du réfrigérant.
- Porter le mélange à ébullition au maximum au début.



Appeler le professeur pour faire vérifier le montage d'hydrodistillation

- Quand l'ébullition est présente, baisser le chauffage à la moitié et repérer le temps de démarrage de l'ébullition (il faut compter 30 minutes de chauffage).
- Il faudra arrêter le chauffage et baisser le support élévateur quand on obtient environ 40 mL de distillat.

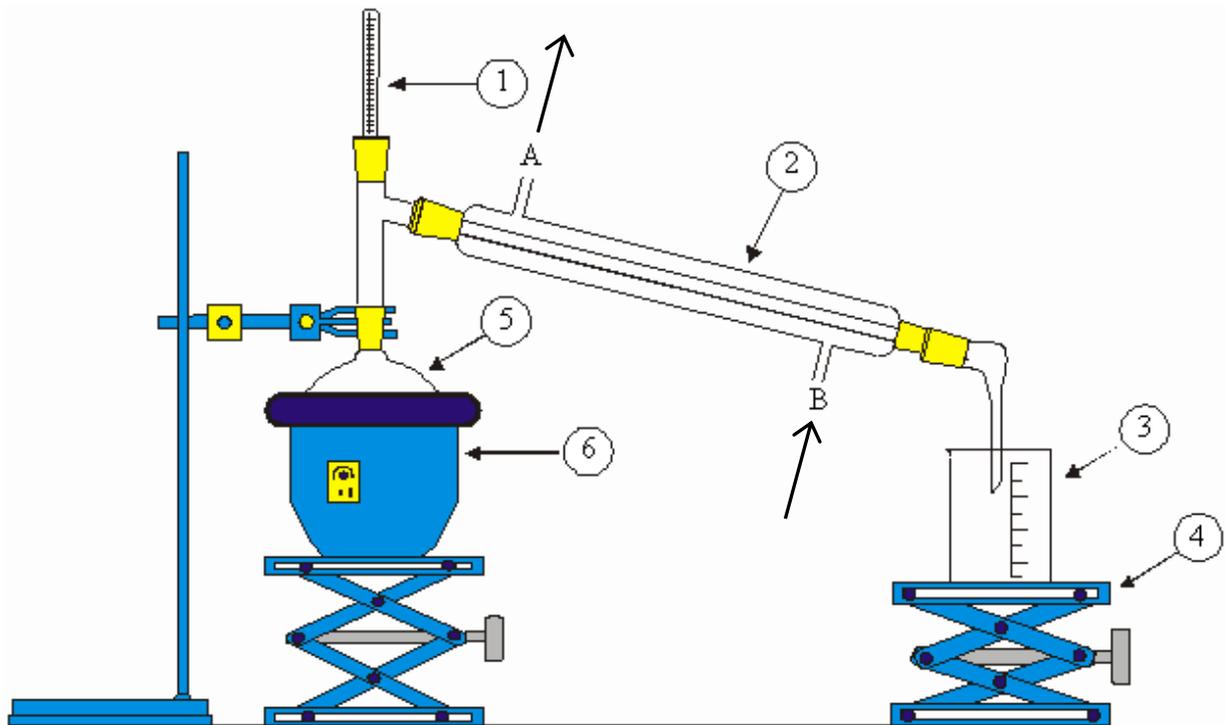
II Principe de l'hydrodistillation

On porte un mélange d'eau et d'écorces d'orange à ébullition dans un ballon à fond rond. L'eau se vaporise. Sous l'effet de la chaleur et de l'eau, les cellules végétales se cassent et libèrent l'huile essentielle d'orange qui est entraînée à l'état gazeux avec la vapeur d'eau vers le réfrigérant.

Le réfrigérant est constitué d'un tube autour duquel circule de l'eau du robinet. Il est donc froid. Il permet donc de condenser (rendre liquide) les vapeurs.

A la sortie du réfrigérant, on récupère le **distillat** constitué :

- Au dessus, d'une phase organique très parfumée contenant le limonène. Cette phase est l'**huile essentielle d'orange**. Cette phase est très petite, presque invisible, mais son odeur trahit sa présence.
- En dessous, d'une phase aqueuse contenant une très petite quantité de limonène et donc légèrement parfumée. Cette phase est appelée l'**hydrolat**.



1) Voici une liste d'annotations. Faire correspondre ces annotations aux numéros du schéma d'hydrodistillation précédent :

bécher : n°...

réfrigérant : n°...

thermomètre : n°...

chauffe-ballon : n°...

support élévateur : n°...

ballon à fond rond : n°...

2) Sur le schéma, colorier (ou hachurer au stylo) :

- en rouge le circuit de l'huile essentielle en partant du ballon à fond rond ;
- en bleu le circuit de refroidissement de l'eau.

3) Quel est le rôle du réfrigérant à eau ?

.....

.....

4) Après la distillation, faire le schéma de l'éprouvette graduée en ajoutant les annotations suivantes :
phase aqueuse (hydrolat) **huile essentielle d'orange** (mettre une épaisseur de 3 ou 4 mm)

III Etape de relargage

Il reste un peu de limonène dans la phase aqueuse et on souhaite que ce limonène restant passe au maximum dans la phase organique (dans l'huile essentielle d'orange). On procède pour cela à une opération dite de **relargage**.

- Verser le distillat obtenu dans un bécher.
- Ajouter dans le bécher 20 mL d'eau salée saturée mesurés à l'éprouvette graduée.

En ajoutant cette eau salée saturée au distillat, on effectue un **relargage**.

	Densité	Solubilité dans l'eau	Solubilité dans l'eau salée	Solubilité dans le cyclohexane
Limonène	0,84	Faible	Très faible	Très grande

5) *Le limonène est-il moins soluble dans l'eau ou dans l'eau salée saturée ?*

.....

6) *Comment va réagir le reste de limonène contenu dans l'eau (phase aqueuse) quand on sale cette eau (quand on ajoute de l'eau salée) ?*

Il ne faut pas oublier qu'il y a la phase organique au dessus de la phase aqueuse contenant le limonène.

.....

7) *Expliquer l'utilité du relargage que l'on effectue après l'hydrodistillation.*

.....

IV Extraction liquide - liquide

Malgré l'étape de relargage, il reste certainement encore du limonène dans la phase aqueuse. On utilise un solvant organique comme le cyclohexane pour extraire le limonène du mélange.

C'est une extraction par solvant appelée extraction liquide – liquide.

- Ajouter dans le bécher contenant le distillat 10 mL de cyclohexane mesurés à l'éprouvette graduée.
- Verser le contenu du bécher dans l'ampoule à décanter (**robinet fermé**).
- Sortir l'ampoule à décanter de son support, puis l'agiter en n'oubliant pas de dégazer régulièrement.
- Remettre l'ampoule à décanter sur son support, la déboucher et laisser décanter.

8) *La phase organique contenant le limonène se situe-t-elle au-dessus ou en dessous ?*

.....

9) *Schématiser l'ampoule à décanter en fin d'extraction et y ajouter les annotations suivantes :*

phase aqueuse phase organique limonène

10) *D'après le tableau précédent, justifier le choix du cyclohexane comme solvant extracteur.*

.....

- Récupérer la phase aqueuse dans un bécher. La vider à l'évier.
- Récupérer la phase organique dans un bécher. La vider dans le bac de récupération au couvercle **rouge**.
- Retirer le ballon avec le gant anti-chaleur (gant de « Mickey »). Le vider à l'évier en récupérant les écorces avec la passette (pas d'écorces dans l'évier !!).
- Rincer l'ensemble de la verrerie à l'eau du robinet, stocker l'ampoule à décanter avec le robinet ouvert (vertical) et ranger la paillasse comme vous l'avez trouvée.