

TP

EXTRACTION PAR HYDRODISTILLATION

L'objectif de ce TP est de connaître une autre méthode d'extraction que celle par un solvant : l'extraction par hydrodistillation. Nous allons extraire le limonène, arôme des écorces d'orange.

Carte d'identité du limonène :

- liquide très volatil
- peu soluble dans l'eau
- soluble dans le dichlorométhane de densité 1,32

L'huile essentielle représente l'ensemble des substances volatiles extraites d'un végétal soit par hydrodistillation ou entraînement à la vapeur (voir ci-dessous) soit par expression (pressage). La volatilité de ces huiles les oppose aux huiles de table. Formuler plus simplement cette dernière phrase

Comme les huiles de table, elles sont peu solubles voire même insolubles dans l'eau mais elles sont solubles dans les solvants organiques comme l'hexane. Elles sont qualifiées **d'essentiels** parce que comme **l'essence elles s'enflamment**.

I. MANIPULATION :

1) 1^{ère} étape : la décoction :

Dans un ballon, on introduit des zestes d'oranges broyés et de l'eau. On ajoute des grains de pierre ponce pour réguler l'ébullition. On porte à ébullition le mélange à l'aide d'un chauffe-ballon.

Sous l'effet de la chaleur, les cellules de l'écorce d'orange éclatent et libèrent les substances odorantes volatiles. On obtient une phase gazeuse formée de vapeur d'eau et de substances odorantes.

2) 2^{ème} étape : l'hydrodistillation :

Les substances odorantes insolubles dans l'eau sont entraînées par la vapeur d'eau : c'est l'hydrodistillation.

Pour condenser les vapeurs, on utilise un réfrigérant.

Dans l'éprouvette graduée, on recueille le distillat contenant l'arôme d'orange appelée huile essentielle d'orange et de l'eau.

3) 3^{ème} étape : le relargage et l'extraction par un solvant :

Le distillat est versé dans une ampoule à décanter. On y ajoute une spatule de chlorure de sodium (sel).

La présence de sel diminue la solubilité de l'arôme dans l'eau : cette opération s'appelle le relargage.

Le relargage consiste à ajouter du sel au distillat ; la solubilité de l'eugénol dans l'eau salée est encore plus faible que dans l'eau ce qui assure une meilleure séparation eugénol-eau. Verser un peu de distillat dans un petit pot ; y ajouter une spatule de sel ; agiter avec un agitateur.

On ajoute 5 mL de dichlorométhane dans l'ampoule. On agite et on laisse décanter. On sépare la phase aqueuse de la phase organique contenant l'huile essentielle d'orange, le limonène.

II. EXPLOITATION :

1. Faire un schéma du montage en indiquant : chauffe-ballon, ballon, porte-ballon, élévateur, réfrigérant, thermomètre, éprouvette graduée, arrivée d'eau froide, sortie d'eau chaude, distillat, contenu du ballon, thermomètre.
2. Quel est le rôle de la pierre ponce ?
3. Quel est le rôle du réfrigérant ? Justifier le sens de circulation de l'eau dans le réfrigérant.
4. Quelle température indique le thermomètre ? Justifier.
5. Comment se présente le distillat : est-il limpide, trouble, odorant, inodore ? Faire un schéma légendé de l'éprouvette graduée contenant le distillat.
6. Comment se fait le relargage ? A quoi sert-il ?
7. Dans l'ampoule à décanter, pourquoi y a-t-il séparation ? Où se trouve le limonène après décanter ? Justifier. Faire un schéma légendé de l'ampoule à décanter après décanter ?
8. Compléter l'organigramme.

L'hydrodistillation - Organigramme

