

EXTRACTION PAR SOLVANT DES AROMES DU ZESTE D'ORANGE (seconde partie)
HYDRODISTILLATION**I>Principe :**

Cette technique, basée sur la non miscibilité de certains liquides, utilise le fait qu'en phase gazeuse toutes les substances sont miscibles.

Par chauffage, on obtient l'ébullition de l'eau. La vapeur d'eau ainsi créée entraîne les substances les plus volatiles du produit utilisé, les *essences* aussi appelées *huiles essentielles*.

Il s'agit bien d'une extraction par solvant où le solvant est l'eau à l'état de vapeur. Une première différence avec le second tp est la nature chimique de l'eau: ce n'est pas un solvant organique comme le sont l'éthanol, le cyclohexane ou le dichlorométhane. La seconde différence est que l'on utilise le solvant sous forme gazeuse et non liquide.

Vapeurs et essences se condensent dans le tube central du réfrigérant, lequel est refroidi par un courant d'eau froide - voir schéma du montage ci-joint - : on obtient ainsi le *distillat*, recueilli à la sortie du tube réfrigéré.

L'hydrodistillation, suivie d'une extraction par solvant organique et d'une décantation, permet d'extraire de nombreuses huiles essentielles - lavande, limonène de l'orange et du citron, citronnelle...-.

II>Manipulation :**® Hydrodistillation du limonène :****Protocole :**

- Une orange est utilisée pour deux groupes: ne pas la couper en deux!
- Laver les soigneusement pour éliminer les produits de conservation.
- Eplucher très finement une orange pour deux groupes sans prendre la peau blanche.
- Le zeste ainsi récupéré est broyé le plus finement possible dans un broyeur électrique: récupérer les zestes d'une rangée de paillasses dans un seul broyeur. Deux broyeurs sont disponibles.
- Répartir les zestes ainsi broyés dans des ballons propres de 100mL, un par groupe.
- Ajouter de l'eau distillée de façon à juste recouvrir les zestes et de la pierre ponce pour réguler l'ébullition (ou autre technique selon le matériel disponible).
- Adapter la tête de distillation et le réfrigérant avec précaution.
- Mettre en route la circulation d'eau : l'eau du robinet entrant par le haut du réfrigérant est rejetée dans l'évier en sortant par le bas.
- Chauffer à l'aide d'un chauffe-ballon. **Surveiller l'expérience!**
- Recueillir le distillat dans une éprouvette graduée. (~ ½ h).

Exploitation :

- Surveiller la température au cours de l'expérience. Noter les observations.
- Annoter, pendant les temps d'attente, le schéma joint du montage avec la légende suivante : ballon, éprouvette graduée, réfrigérant, chauffe-ballon, thermomètre, tête de distillation, support élévateur - ou boy - ...
- Noter par deux flèches l'entrée et la sortie de la circulation d'eau froide dans le tube réfrigérant sachant qu'elle doit arriver par la partie basse du réfrigérant et ressortir par la partie haute.
- Compléter en ajoutant dans la légende les substances utilisées et recueillies.
- Observer le distillat obtenu. Le décrire. Noter sa couleur et son odeur. Est-ce un mélange ? Justifier.

→Extraction par solvant du limonène :

Le distillat ainsi obtenu ne permet pas la récupération du limonène par simple décantation : il faut employer un solvant organique, le dichlorométhane, pour l'extraire du mélange.

Protocole :

- Pour diminuer la solubilité du limonène dans l'eau, ajouter une spatule de chlorure de sodium : c'est l'opération de *relargage*.
 - Transvaser le distillat dans l'ampoule à décanter commune à tous les groupes.
 - Le professeur ajoute sous la hotte, environ 15mL de dichlorométhane.
 - Agiter, dégazer puis laisser décanter. Repérer la phase aqueuse et la phase organique (voir les questions ci-dessous).
 - Eliminer la phase aqueuse et récupérer la phase organique dans un erlenmeyer propre et sec.
- => cet extrait B sera réutilisé pour les travaux pratiques n°4.

Exploitation :

- D'après l'étiquette du flacon de dichlorométhane,
 - reproduire et préciser la signification du ou des pictogrammes représenté(s) et les précautions d'emploi à observer – couverture du livre -.
 - préciser sur le schéma représentant l'ampoule à décanter, où se trouvent la phase aqueuse et la phase organique. Justifier.
 - Après décantation, quelle est la couleur de la phase aqueuse ? de la phase organique ?
- D'après les couleurs initiales de chacun des solvants - eau et dichlorométhane-, expliquer dans quelle phase se trouve le limonène à extraire.

Schéma du montage d'hydrodistillation du limonène

