

T.P. C1 : Extraction d'une huile essentielle d'écorce d'agrumes

Objectif : Réaliser une hydrodistillation des écorces d'agrumes et en extraire l'huile essentielle.

I.- Caractéristiques du limonène et du citral

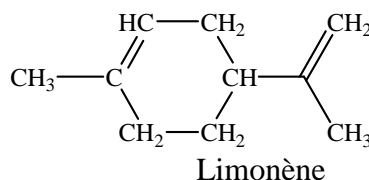
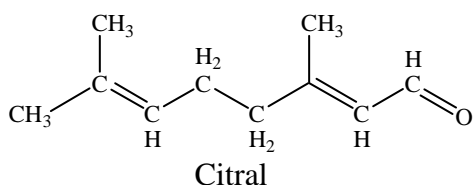
1) Propriétés du limonène et du citral

C.1. : Les huiles essentielles contenues dans les fleurs, les feuilles, les fruits et les écorces sont un mélange de composés organiques. Elles peuvent être utilisées en parfumerie ou comme arômes alimentaires. L'huile essentielle extraite de l'écorce de citron ou d'orange est constituée entre autre, de limonène et de citral.

Q.2. : Les zestes d'agrumes renferment une quantité importante d'huile essentielle : de 10 à 15 % en masse, elle-même très riche en limonène et citral : 70 à 75 % en masse.

A partir de 10 g de zeste d'agrumes, quelle masse de limonène peut-on obtenir ? On donnera un encadrement. Conclure en calculant les rendements massiques extrêmes.

Q.3. : La formule semi-développée du limonène et du citral sont données ci-dessous :



Donner les formules topologiques de ces molécules (on pourra se servir du logiciel ChemSketch disponible gratuitement sur Internet depuis le site).

Q.4. : Quelles sont les fonctions chimiques reconnaissables dans ces molécules ?

Q.5. : Quelle sont les masse molaires de ces molécules ?

2) Propriétés physico-chimiques du limonène et du citral

C.6. : Dans la littérature, on trouve :

Limone : - Température de fusion : - 75 °C - Température d'ébullition : 178 °C - Solubilité dans l'eau : nulle - Solubilité dans le cyclohexane : totale - Solubilité dans l'acétone : totale - Densité : 0,84
--

Citral : - Température de fusion : -58 °C - Température d'ébullition : 225 °C - Solubilité dans l'eau : nulle - Solubilité dans le cyclohexane : totale - Solubilité dans l'acétone : totale - Densité : 0,88

Q.7. : Sous quel état physique trouve-t-on le limonène et le citral



a) à température ambiante ?




b) à 100 °C ?


Q.8. : Sous quel aspect se présente un mélange eau-limonène ? un mélange eau-citral ?

II.- Sécurité

Fiches sécurité des espèces chimiques utilisées dans ce T.P. :

Limone :   ; R 10, R 38, R 43, R 50/53 ; S24, S 37, S 60, S 61

Cyclohexane :    ; R 11, R 38, R 50/53, R65, R67
S 9, S 16, S 33, S 60, S 61, S 62

Acétone :   ; R 11, R 36, R 66, R 67 ; S 9, S 16, S 26

Sulfate de magnésium anhydre : S 24/25

Q.9.: Par une recherche sur internet, indiquer, pour chaque espèce chimique utilisée, les dangers principaux, les risques encourus et les précautions à prendre.

Q.10. : Indiquer pourquoi il faut travailler avec blouse, gants, lunettes de protection et aller prélever les solvants sous la hotte.

III.- Mode opératoire de l'extraction

1) Préparation de la macération d'oranges ou de citrons

On a lavé des oranges dont on a ensuite prélevé la peau puis le zeste. Ce zeste est ensuite passé au hachoir.

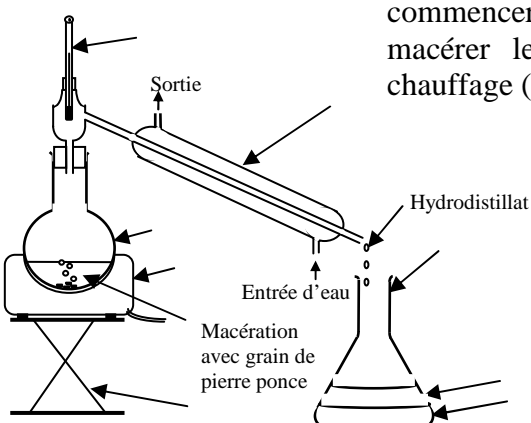
E.11. : Prélever environ 10 g de zeste et les transvaser dans un ballon de 250 mL. Ajouter dans le ballon environ 150 mL d'eau distillée mesurée à l'éprouvette graduée.

2) Hydrodistillation du zeste d'orange

E.12. : Ajouter à la macération de zeste dans le ballon quelques grains de pierre ponce puis adapter la tête de distillation avec le thermomètre et le réfrigérant droit du montage d'hydrodistillation ci-dessous (déjà vu en classe de seconde).

Q.13. : Quel est l'intérêt des grains de pierre ponce.

S.14. : Recopier puis compléter la légende du schéma ci-dessous.



E.15. : Mettre en marche la circulation d'eau dans le réfrigérant et commencer à chauffer modérément (thermostat à mi parcours) pour faire macérer le mélange pendant environ 10 min. Augmenter ensuite le chauffage (thermostat « à fond ») pour distiller.

E.16. : Noter la température de distillation des premières vapeurs atteignant la tubulure latérale : $\theta = \dots\dots\dots$ °C (température de distillation).

Q.17. : Justifier la position du thermomètre dans le montage.

E.18. : Lorsque le volume d'eau dans le ballon a diminué de moitié, arrêter le chauffage (environ 1/2 heure).

Q.19. : Avant de démonter le montage, laisser refroidir le distillat environ 5 mn. Pourquoi attend-on ainsi ?

Q.20. : Rappeler le principe de l'hydrodistillation.

E.21. : Observer le distillat : faire un schéma et commenter.

3) Séparation des phases de l'hydrodistillat par solvant et isolation de l'huile essentielle

E.24. : Sortir l'erlenmeyer contenant le distillat du montage et y ajouter une spatule de sel. Agiter pour dissoudre.

Q.25. : Sachant que l'eau salée est plus dense que l'eau distillée ($d_{\text{eau salée}} = 1,1$), justifier l'ajout de sel. Comment appelle-t-on cette opération ?

E.26. : Verser le distillat dans une ampoule à décanter. Et y ajouter 10 mL de cyclohexane mesuré à l'éprouvette graduée. Justifier l'emploi de cyclohexane comme solvant d'extraction.

Q.27. : Expliquer le choix de ce solvant plutôt que celui de la propanone (acétone).

S.28. : Faire un schéma légendé de cette séparation.

E.29. : Éliminer la phase aqueuse et recueillir la phase organique dans un erlenmeyer. Justifier les positions des phases.

E.30. : Ajouter une spatule de sulfate de magnésium anhydre et agiter. Qu'observe-t-on ? En rajouter jusqu'à ce qu'il arrête de former des « paquets ». Pourquoi procéder ainsi ?

E.31. : Filtrer le mélange, récupérer le filtrat dans un tube à essais et marquer votre nom.

S.31. : Faire un schéma de cette opération.