

Faculté de science

Département de chimie

3<sup>ème</sup> année chimie organique

### **TP 03: Extraction du limonène de l'écorce d'orange**

#### **Objectifs :**

Mettre en œuvre au cours de la séance les techniques expérimentales suivantes :

- Extraction par hydro distillation pour extraire le limonène de l'écorce d'orange.
- Décantation
- Relargage
- Déshydratation

Dans le but d'extraire et d'identifier le limonène contenu dans l'écorce d'orange.

#### **I) Hydrodistillation :**

##### **Principe**

Les agrumes contiennent dans leurs cellules des composés organiques odorants. Ces composés, peu solubles dans l'eau, sont difficiles à extraire par macération ou décoction dans l'eau. D'autre part, la présence de résidus rend difficile l'extraction par d'autres solvants (comme le cyclohexane) puis la filtration. On préfère utiliser la technique de l'hydro distillation.

On porte à l'ébullition, un mélange d'agrumes et d'eau. Sous l'action de la chaleur, les cellules des agrumes éclatent et libèrent des composés organiques volatils. La vapeur d'eau formée entraîne les composés organiques à l'état gazeux vers le réfrigérant. La condensation de ce mélange gazeux provoque sa séparation en deux phases liquides:

- la phase organique supérieure, huileuse et très odorante, appelée "huile essentielle", contenant la majorité des composés odorants.
- la phase aqueuse inférieure, odorante, appelée "eaux aromatiques", qui n'en contient que très peu.

### Mode opératoire :

Peler une orange, passer le zeste au mixeur et placer le tout dans un ballon à fond rond de 250 mL. Ajouter environ 100 mL d'eau dans le ballon. Réaliser ensuite le montage suivant :

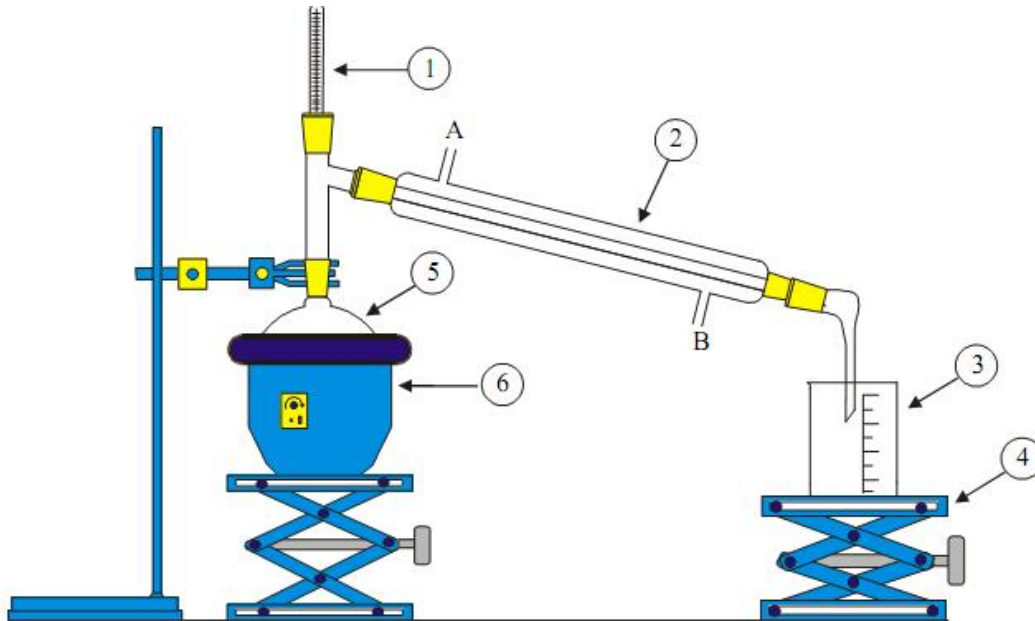


Fig 01 : Montage de l'hydrodistillation

Porter le tout à ébullition douce entre 50 et 60 °C : l'huile essentielle entraînée à la vapeur sera recueillie dans le bêcher où elle surnagera.

### Question :

- légèrer le montage d'hydrodistillation ci-dessus.
- Que se passe-t-il lorsque l'on chauffe le mélange écorce d'agrume – eau ?
- Qu'observe-t-on dans le réfrigérant à eau au cours du chauffage ? Quelle est le rôle du réfrigérant à eau ?
- Que peut-on dire de la température de la phase gazeuse pendant l'ébullition ? Comparer avec celle de l'eau.

## II) Séparation de l'huile essentielle :

### 1. Relargage :

**Principe du relargage** : Il reste des molécules odorantes dissoutes dans la phase aqueuse. On veut les récupérer dans la phase organique. Ces molécules sont encore moins solubles dans une solution aqueuse ionique que dans l'eau pure. En ajoutant une solution ionique au distillat et en agitant, pratiquement toutes les molécules odorantes passent dans la phase

organique, la phase aqueuse devenant ionique L'opération se fait dans une ampoule à décanter. La solution ionique utilisée est souvent une solution de chlorure de sodium saturée

### **Mode opératoire :**

Verser le distillat dans une ampoule à décanter. Rincer le b cher qui le contenait avec 50 mL environ d'une solution satur e de chlorure de sodium. Ajouter cette solution au distillat.

Agiter avec pr caution en prenant soin de d gazer. Faire le sch ma de ce protocole.

### **Remarque**

Pour r cup rer les  ventuelles traces d'huile essentielle encore pr sentes dans la phase aqueuse, on pourrait  galement r aliser une extraction liquide – liquide avec du dichlorom thane :

### **2. D cantation et s paration des phases :**

Laisser reposer. Peu   peu les 2 liquides se s parent, le plus dense se rassemblant dans la partie inf rieure. Lorsque les 2 phases sont bien distinctes, les s parer en recueillant la solution ionique dans un premier b cher (elle sera ensuite jet e) et l'autre phase dans un deuxi me petit b cher. Faire un sch ma du protocole et A l'aide du tableau de donn es, justifier la position des phases aqueuse et organique.

	Huiles essentielle	Eau	Eau sal�e
Densit�	0.86	1	/
Solubilit� des compos�s organiques	/	Peu soluble	Insoluble

### **3. S chage de la phase organique**

Mettre quelques cristaux de sulfate de magn sium anhydre pour absorber les derni res gouttes d'eau qui ont pu  tre entra n es au cours de la d cantation.

### **4. Evaporation du solvant :**

La temp rature d' bullition du dichlorom thane   pression ambiante est voisine de 40 C ; on peut donc l' vaporer sous la hotte en chauffant doucement le m lange au bain-marie. Verser ensuite l'huile essentielle dans un petit r cipient propre et sec.