

A. Préparation de l'extrait A (méthode 1)

Etape 1 : Extraction par hydrodistillation (environ 1 heure)

1. Il faut utiliser le montage ❶ qui correspond à un montage de distillation (le schéma ❷ représente un chauffage à reflux utilisé lors de synthèses).
2. Le ballon (1) est chauffé par le chauffe-ballon (2). La température des vapeurs est mesurée en tête de colonne à l'aide d'un thermomètre (3). Les vapeurs sont condensées dans le réfrigérant droit (4) (aussi appelé condenseur) et retombent par gravité dans l'erenmeyer (5) qui permet de recueillir le distillat.



montage d'hydrodistillation



condensation des vapeurs dans le réfrigérant

⇒ enlever les gants pour manipuler un montage chaud

⇒ mise en marche : mettre la circulation d'eau (l'eau arrive par le bas du montage) puis allumer le chauffe-ballon.

⇒ pour terminer l'hydrodistillation, arrêter le chauffe-ballon mais laisser la circulation d'eau pendant quelques minutes pour condenser les vapeurs pendant que le montage refroidit.

3. La vapeur d'eau générée par le chauffage va entraîner l'huile essentielle (entraînement à la vapeur).
4. Dans le distillat, on observe une phase aqueuse et une phase huileuse incolore qui a une forte odeur d'orange.

Etape 2 : Relargage

5. L'ajout de chlorure de sodium a deux effets :
 - l'huile essentielle étant encore moins soluble dans l'eau salée que dans l'eau, son extraction par le cyclohexane sera plus efficace.
 - il augmente la densité de la phase aqueuse et facilite la séparation avec la phase organique.

Etape 3 : séparation des phases

6. Utilisation du cyclohexane : Manipuler loin de toutes sources de chaleur (inflammable R11), sous la hotte (vapeurs nocives R67), avec des gants de protection (R38). Ne pas rejeter à l'évier (R50).

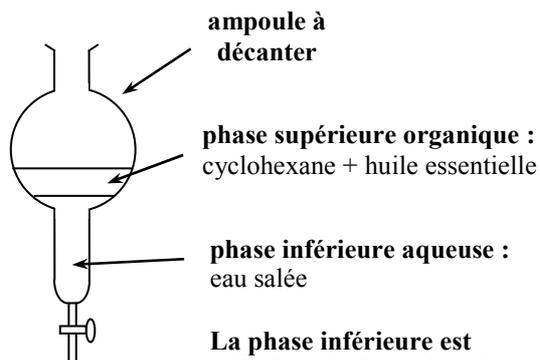
Utilisation de l'ampoule à décanter : Toujours orienter l'ampoule à décanter vers un endroit dégagé de la pièce (mur ou fenêtre).

Dégazer l'ampoule régulièrement pour éliminer les surpressions.

Technique d'agitation :

La main gauche est immobile et tient le robinet. La main droite maintient fermement le bouchon et agite l'ampoule énergiquement.

7. cf. schéma. Il faut regarder les solubilités pour connaître la composition des phases et les densités pour connaître leur position.



La phase inférieure est celle dont la densité est la plus forte. La densité d'une phase est voisine de celle du solvant (eau ou cyclohexane ici).



← Ne pas oublier d'enlever le bouchon avant de séparer les phases !

8. On peut aussi utiliser du dichlorométhane car les espèces à extraire (limonène et citral) y sont très solubles. Le dichlorométhane étant plus dense que l'eau, la phase organique (qui contient l'huile essentielle et qu'il faut récupérer) sera cette fois la phase inférieure.

Etape 4 : séchage

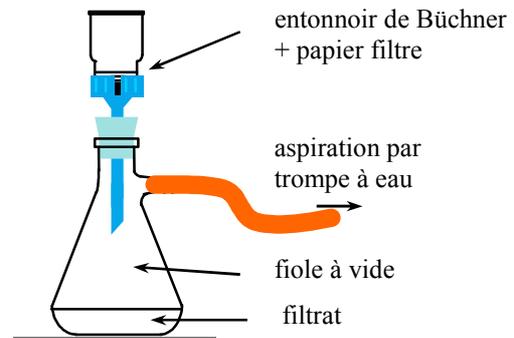
9. Le rôle du sulfate de magnésium anhydre est d'éliminer l'eau de la phase organique.

B. Préparation de l'extrait B (méthode 2)

1. Le limonène et le citral sont extraits par le cyclohexane, solvant dans lequel ces espèces sont très solubles : d'où le nom de la méthode. L'agitation augmente la rapidité de l'extraction.
2. cf. schéma ci-dessous.



macération des zests d'orange dans le cyclohexane



filtration sur Büchner

C. Identification des constituants par C.C.M.

1. Les différentes substances contenues dans les dépôts possèdent plus ou moins d'affinité avec l'éluant et la phase fixe de silice. L'éluant va donc les entraîner plus ou moins lors de sa migration (par capillarité) sur la couche de silice. Ainsi deux substances chimiques différentes auront des rapports frontaux différents. Cette technique permet la séparation des substances contenues dans un dépôt et l'identification par comparaison avec des espèces connues (étalons).



- ⇒ attention à ne pas endommager la silice en traçant le trait.
- ⇒ changer de pique pour chaque prélèvement pour ne pas polluer les dépôts avec le prélèvement précédent.
- ⇒ la ligne de dépôt est au dessus du niveau de l'éluant dans la cuve.
- ⇒ chaque dépôt a bien été référéncé en écrivant une lettre
- ⇒ ne pas bouger la cuve pendant l'éluion
- ⇒ refermer la cuve pendant l'éluion pour que celle-ci reste saturée en vapeurs de solvant.
- ⇒ marquer le front du solvant dès la fin de l'éluion.

2. L'éluant utilisé doit simplement entraîner les espèces contenues dans les dépôts sans réagir avec elles (comme un solvant lors d'une extraction). Une réaction donnerait de nouvelles espèces non désirées.

3. La révélation est indispensable lorsque les substances à analyser sont incolores (c'est le cas ici).

Le chromatogramme obtenu en faisant un dépôt de limonène (L), un dépôt de citral (C) et un dépôt d'huile essentielle (HE) est donné ci-contre :

L'analyse de ce chromatogramme est la suivante :

- l'huile essentielle est un mélange de plusieurs espèces chimiques (5 au total).
- l'huile essentielle contient du citral et du limonène (2 taches au dessus du dépôt de cette huile sont à la même hauteur que la tache correspondant au citral et que la tache correspondant au limonène).

4. $R_f(\text{limonène}) = h / H = 0,95$ $R_f(\text{citral}) = 0,50$

5. Le rapport frontal ne dépend pas de la concentration ni même de la quantité de substance déposée. Il varie en revanche selon l'éluant et la phase fixe utilisés.

