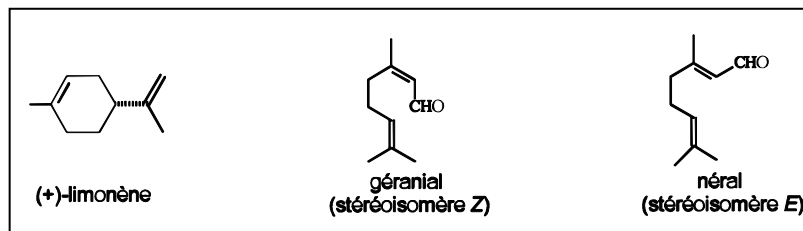


TP 1 DE CHIMIE: EXTRACTION D'UNE HUILE ESSENTIELLE

INFORMATIONS : Les huiles essentielles sont un mélange de *composés organiques volatils* et *peu solubles dans l'eau* qui confèrent aux plantes leur odeur.

Le *limonène* et le *citral* sont les constituants majoritaires des peaux d'agrumes.



le *citral* est un mélange des stéréoisomères Z et E (géranial et néral)

PRINCIPE :

Les huiles essentielles peuvent être extraites des plantes soit **par extraction par un solvant** (comme le cyclohexane), soit par **entraînement à la vapeur d'eau** (ou hydrodistillation).

Hydrodistillation : on chauffe à *ébullition* un mélange d'eau et de produit naturel, ce qui fait éclater les cellules végétales renfermant les composés organiques odorants. La phase gazeuse qui s'en dégage contient de la vapeur d'eau et les composés organiques à l'état gazeux. La condensation de ce mélange gazeux à l'aide d'un réfrigérant à eau provoque sa séparation en *deux phases liquides*: une **phase organique** supérieure, dite **huile essentielle**, contenant la majorité des composés odorants, et une **phase aqueuse** inférieure, dite eau aromatique, qui n'en contient que très peu.

EXTRACTION DE L'HUILE ESSENTIELLE PAR HYDRODISTILLATION

1) Hydrodistillation

Réaliser le montage de la *figure 1*: faire circuler l'eau froide dans le condenseur (ou **réfrigérant à eau**), puis, à l'aide de l'agitateur chauffant réglé *au maximum*, porter le mélange à ébullition. La température de la phase gazeuse, produite par ébullition de la décoction, reste *proche de 100°C* et le distillat, à forte odeur de fruit, se sépare en deux phases. Recueillir environ 30 mL de distillat.

Question 1 : Décrire les phénomènes qui se déroulent au cours de l'expérience.

Question 2 : Faire une phrase avec les mots : hydrodistillation, espèces odorantes, technique, extraction, ébullition, vaporise.

2) Relargage

Pour *diminuer la solubilité* (déjà très faible) de l'huile essentielle dans l'eau, ajouter environ 3 g de **chlorure de sodium**. *Question 3 :* Quel est l'intérêt du relargage.

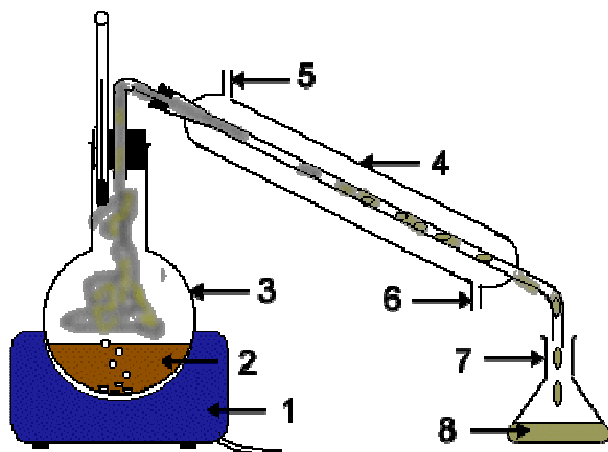
3) Extraction

A l'aide d'un entonnoir, transvaser le distillat dans une **ampoule à décanter**. Ajouter du cyclohexane (solvant extracteur). *Noter la densité de ce solvant*. Agiter et dégazer.

Laisser décanter et *recueillir la phase organique* (environ 2 mL) dans un petit erlenmeyer.

Question 4 : Représenter l'ampoule à décanter avec les différentes phases.

Sécher la phase organique recueillie en y ajoutant une petite spatule (0,5 g) de **sulfate de magnésium anhydre** (desséché à l'étuve). Agiter quelques instants. On obtient l'**extrait E**.



Montage de distillation avec entraînement à la vapeur (ou hydrodistillation)

Annoter le montage.

Partie non faite au TP1 mais intégrée au TP2 suivant : chromatographie.**V. IDENTIFICATION du limonène et du citral PAR CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE (C.C.M.)****1) Principe de la C.C.M.**

Initialement appliquée aux substances colorées (*kroma* signifie couleur en Grec), la chromatographie est une *méthode de séparation et d'identification des constituants d'un mélange*, en phase liquide ou gazeuse.

Les constituants d'un mélange, déposés sur une *phase fixe* solide (l'**adsorbant**) sont entraînés par une *phase mobile*, appelée **éluant**. Dans la C.C.M., l'éluant est liquide et *migre par capillarité*; la phase fixe est constituée de *papier* ou d'une *fine couche de silice* ou d'alumine déposée sur une plaque. NB : le gel de silice est polaire.

La vitesse de migration des espèces dépend de leurs affinités avec l'éluant et avec l'adsorbant.

Plus la substance est *soluble dans l'éluant*, plus elle sera entraînée par celui-ci au cours de sa migration le long de l'adsorbant fixe. L'éluant, qui ne doit pas réagir avec les constituants du mélange, est choisi en fonction de son aptitude à dissoudre les espèces à séparer: *plus celles-ci sont polaires, plus le solvant doit être lui-même polaire.*

Après migration, il faut faire apparaître les taches : c'est la **révélation** qui peut se faire chimiquement (grâce à un réactif caractéristique), ou par observation en lumière U.V si la silice contient un indicateur de fluorescence.

2) Préparation de la cuve à chromatographie

Dans un récipient fermé (pot de confiture), verser l'**éluant** sur une hauteur de moins de 1 cm. Refermer le récipient pour permettre à son atmosphère de *se saturer en vapeur d'éluant*. *Éluant nocif et inflammable !*

Éluants utilisés : – cyclohexane
– acétone
– mélange 10% acétone et 90% cyclohexane

3) Chromatographie : *Attention ! ne pas toucher la surface de plaque avec les doigts*

Sur une plaque de silice de 5 × 8 cm, tracer au crayon un léger trait à 1 cm du bas de cette plaque : c'est la ligne de dépôt.

Sur ce trait, on tracera 3 *marques régulièrement espacées* (de 1 cm au moins), identifiées en dessous par une lettre au crayon : E (pour l'extrait), L (pour le limonène pur), C (pour le citral pur)

Avec un *capillaire propre*, tenu bien *verticalement*, déposer les solutions suivantes : le dépôt ne doit pas faire plus de 2 mm de diamètre:

- **extrait E** : plusieurs applications.
- **limonène L** (dilué dans du cyclohexane) : 1 application
- **citral C** (dilué dans du cyclohexane) : 1 application

Attendre que les dépôts soient secs avant de procéder à l'éluion.

Attention ! ne pas bouger la cuve, une fois que la plaque sera dedans !

Placer délicatement la plaque, la plus verticale possible, dans la cuve d'éluion et surveiller la montée de l'éluant. Lorsqu'il arrive à moins de 2 cm du bord supérieur, retirer la plaque et marquer au crayon le niveau atteint par l'éluant (front de l'éluant).

Attention ! règle en plastique attaquée par ces éluants

4) Révélation

➤ 1^{ère} méthode : On plonge 2 s la plaque, silice vers le bas, dans une solution de *permanganate de potassium*.

On la rince et on la sèche. Les substances oxydées par le permanganate apparaissent sous forme de taches marron sur fond rose.

Marquer la position des taches en les entourant d'un trait de crayon.

➤ 2^{ème} méthode : Révélation aux UV :

On place la plaque sous une lampe UV: la silice étant recouverte d'un produit photosensible à l'UV, les taches se distinguent de la couche de fond par une coloration sombre (si un composé présent sur la plaque absorbe la lumière UV, la fluorescence ne peut pas se faire, et on observe à cet endroit).

Marquer les taches au crayon.

Rappel : le **rapport frontal R_f** d'une espèce est le rapport entre la hauteur de migration de cette espèce et la hauteur de migration de l'éluant.

5) Questions:

Analyser les 3 chromatogrammes, et tirer une conclusion sur :

- la composition de l'extrait E.
- l'influence de la nature de l'éluant sur la migration des espèces.