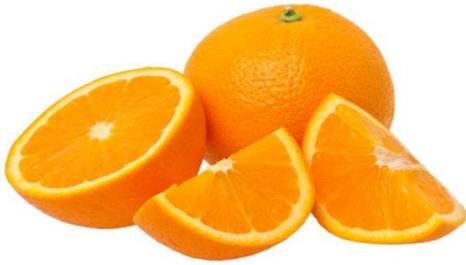




TP3 Extraction de molécules volatiles par hydrodistillation (Extraction du limonène dans les oranges)(Master 2 GC 21/22)



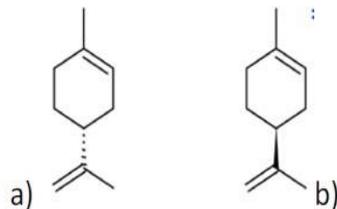
Nom :

Prénom :

Groupe :

Section :

L'arôme principal contenu dans les oranges est le limonène, qui appartient à la famille des terpènes, et dont se propose de réaliser l'extraction. Le limonène peut se rencontrer sous 2 formes, images l'une de l'autre dans un miroir plan, et non superposables, appelées énantiomères. Des énantiomères ont des propriétés physiques et chimiques identiques.



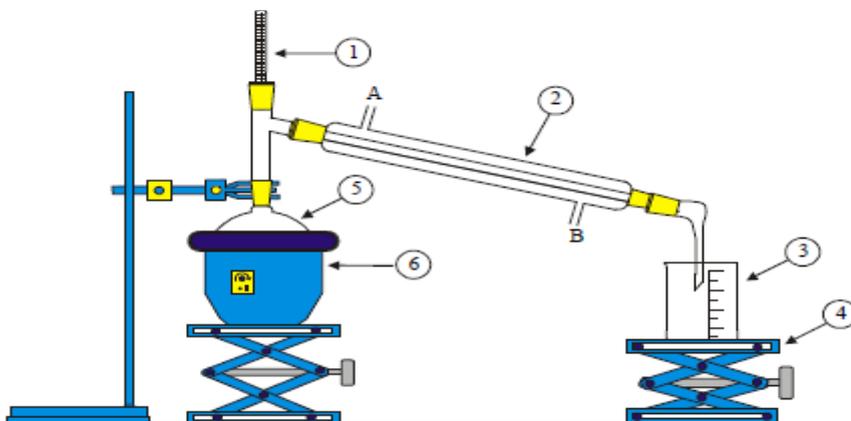
Les deux formes énantiomères du limonène : a) R-(+)-limonène. b) S-(-)-limonène

Dans une orange, l'énantiomère a) est le plus abondant. L'huile essentielle d'orange contient environ 95% de l'énantiomère a).

Au début, il faut commencer par raper les écorces d'oranges et les peser. On aura besoin de connaître la masse d'écorce d'orange utilisée pour déterminer le rendement de l'extraction.

Peser des écorces d'oranges : $m = 15,0$ g.

Ces écorces d'oranges sont ensuite placées dans un ballon dans lequel on rajoute de l'eau pour procéder à une hydrodistillation. **Nommer les matériels qui forment ce montage ?**



Le mélange est chauffé à l'aide d'un chauffe-ballon. De la vapeur d'eau se forme et entraîne avec elle les arômes contenus dans les écorces d'oranges. Ce mélange gazeux monte dans la tête de colonne puis pénètre dans un réfrigérant à eau, parcouru par de l'eau froide venant du robinet.

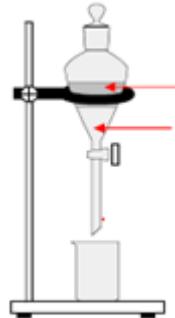
On recueille alors le distillat dans une éprouvette. L'ampoule de coulée contient de l'eau, ce qui

permet de rajouter de l'eau dans le ballon, quand il ne reste plus suffisamment d'eau dans le ballon. Le ballon doit toujours contenir de l'eau, car sinon, les écorces d'orange risquent de brûler sous l'effet du chauffage.

Le distillat recueilli contient majoritairement de l'eau, mais il est très odorant, indiquant qu'il contient bien les arômes contenus dans l'écorce des oranges.

Une fois le distillat obtenu, il faut procéder à une extraction, si on souhaite recueillir uniquement l'huile essentielle d'orange.

Pour cela, le distillat est transvasé dans une ampoule à décanter, dans laquelle on va rajouter de l'éther. L'éther est un liquide non miscible à l'eau, dans lequel l'huile essentielle d'orange est très soluble. **Nommer les phases existantes dans l'ampoule de décanation ?**



Pour utiliser correctement l'ampoule à décanter, il faut bien agiter et penser à dégazer régulièrement. L'éther est un liquide très volatil.

Il faut ensuite laisser reposer l'ampoule à décanter, pour bien séparer la phase aqueuse contenant l'eau, et la phase organique contenant l'éther et l'huile essentielle d'orange.

Une fois l'extraction terminée, il faut évaporer l'éther pour recueillir l'huile essentielle d'orange.

Après évaporation de l'éther, on obtient une très petite quantité d'huile essentielle dans l'erlenmeyer : ** m = gramme.

La masse d'écorce d'orange initialement pesée correspond à 15 grammes. **Le rendement de l'extraction correspond à**

Pour vérifier que l'huile essentielle contient bien du limonène, il faut procéder à une chromatographie. Sur une plaque de silice, on dépose une goutte de distillat, et une goutte de limonène pur de référence. L'ensemble est placé dans une cuve chromatographique contenant un éluant adapté. L'éluant migre sur la plaque chromatographique en entraînant avec lui, les composés déposés préalablement sur cette plaque. Une fois la chromatographie terminée, il faut révéler le chromatogramme, car les composés sont incolores. On utilise pour cela, une solution de permanganate de potassium.

