

HYDRODISTILLATION Correction



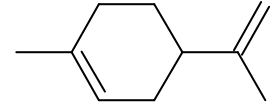
I. EXTRACTION DE L'HUILE ESSENTIELLE D'AGRUME PAR HYDRODISTILLATION

1) Les huiles essentielles

a) Formules brutes:

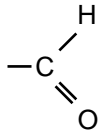
limonène: $C_{10}H_{16}$
citral : $C_{10}H_{16}O$

Limonène

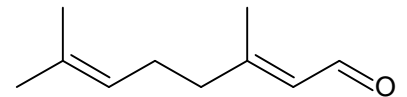


b) Le **limonène** et le **citral** sont des dérivés éthyléniques car ils possèdent des doubles liaisons **carbone – carbone** caractéristiques de l'**éthylène** ($2HC = CH_2$).

c) Le citral possède également un groupe **carbonyle** $C = O$ en bout de chaîne. C'est une fonction **aldéhyde**:

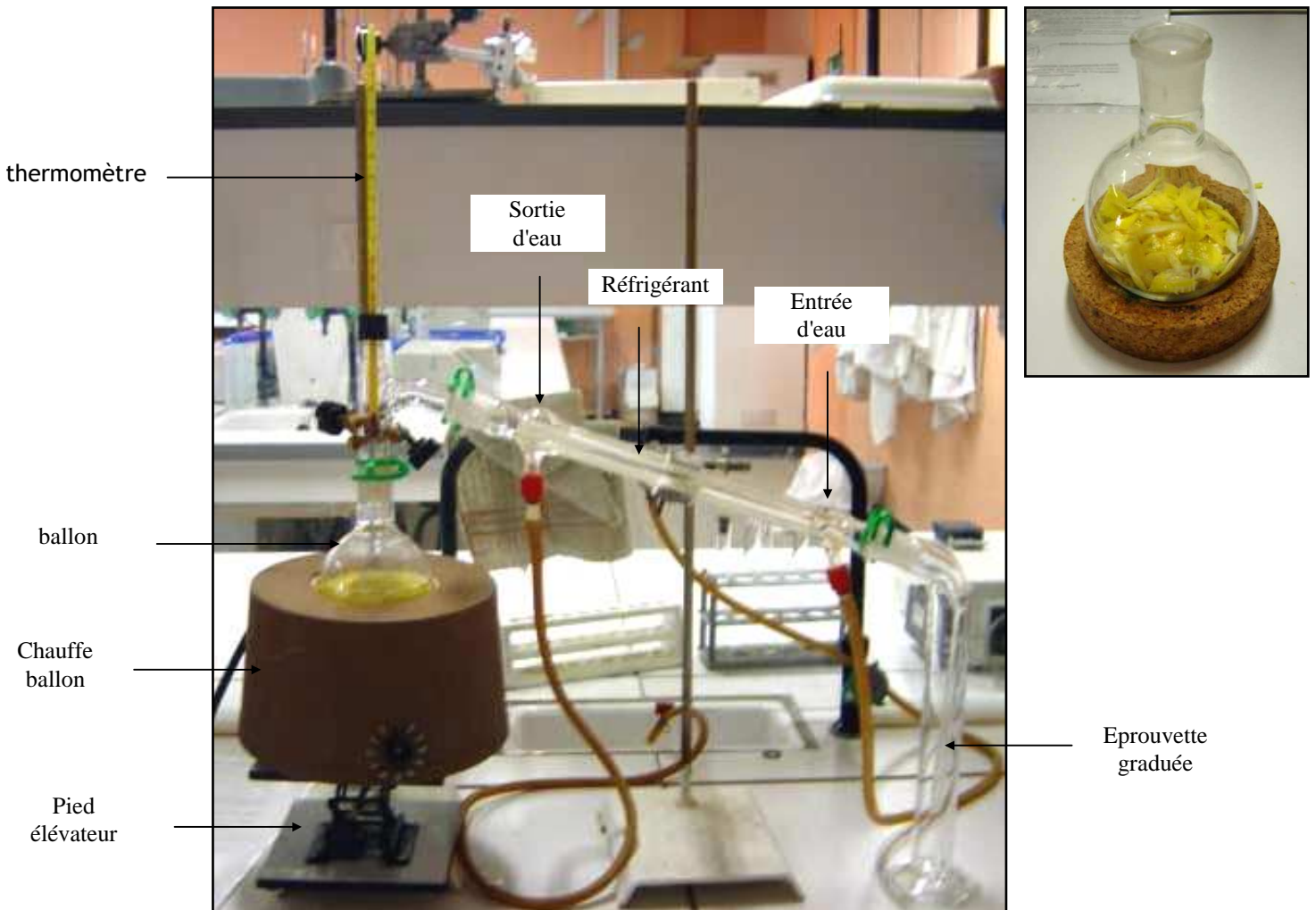


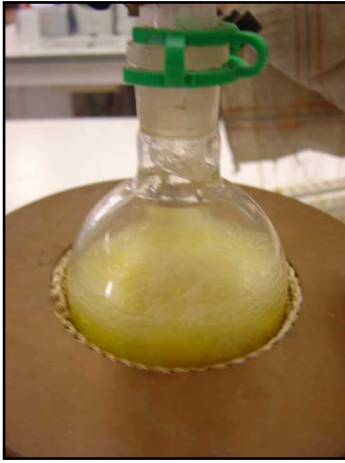
Citral



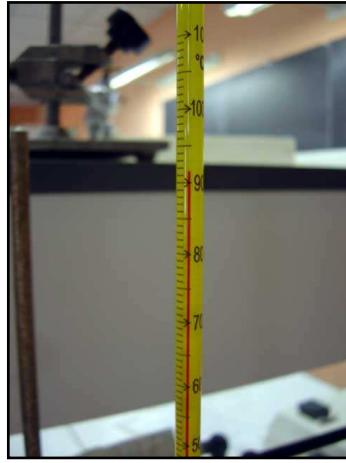
On peut mettre en évidence la fonction aldéhyde en formant **précipité jaune orangé** avec la **2,4-DNPH** (test des **composés carbonylés**), puis en formant un **précipité rouge brique** avec la **liqueur de Fehling** (liquide bleu roi) à chaud ou en formant un **miroir d'argent** avec le **réactif de Tollens**.

3) Hydrodistillation de l'écorce d'orange ou de citron

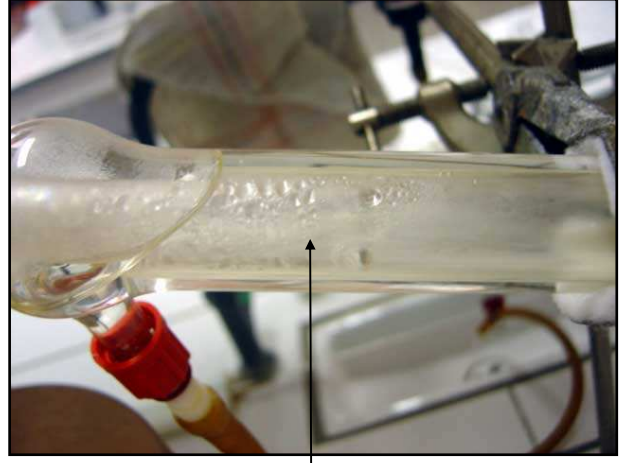




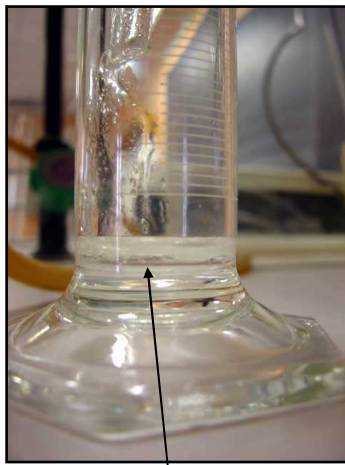
Ébullition douce



Température lors de l'hydrodistillation

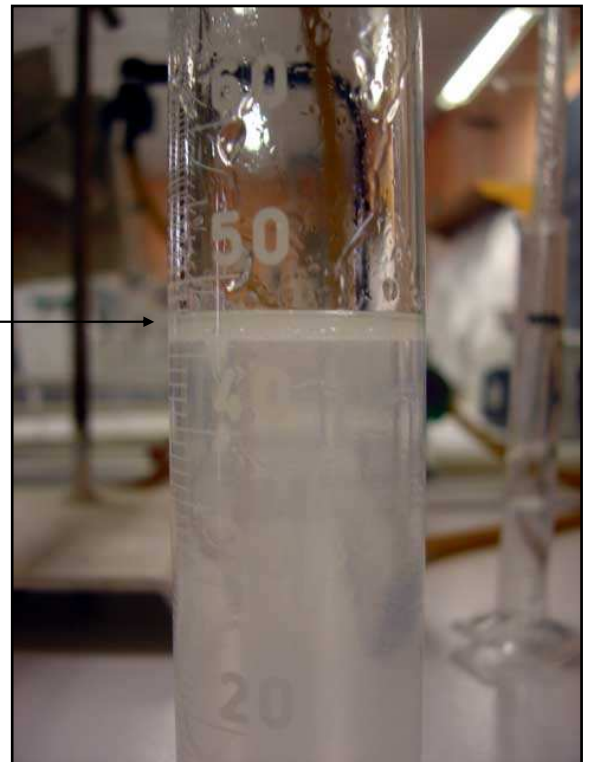


Zone de condensation des vapeurs dans le tube intérieur du réfrigérant à eau



Formation du distillat

2 mL d'huile essentielle sur environ 50 mL de distillat ...



a) Voir photo légendée.

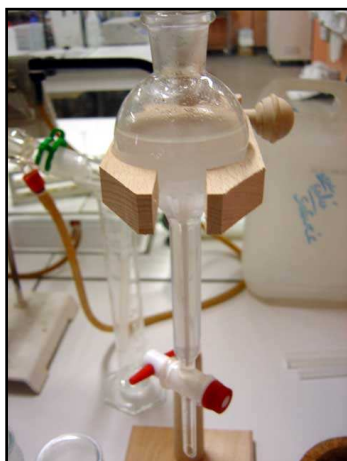
b) Lorsque l'on chauffe le mélange écorce d'agrumes – eau, les cellules végétales de l'écorce de citron libèrent des espèces chimiques **organiques odorantes**. Ces espèces sont **volatiles**: elles passent facilement à l'état de vapeur. La vapeur d'eau formée au cours de l'ébullition entraîne les vapeurs des espèces odorantes jusqu'au réfrigérant.

c) Dans le réfrigérant à eau, on observe la condensation des vapeurs formées au cours du chauffage. Des gouttes ruissellent à l'intérieur du réfrigérant jusqu'à l'éprouvette graduée. Le réfrigérant sert à condenser les vapeurs formées au cours de l'ébullition.

d) La température de la phase gazeuse pendant l'ébullition reste constante et égale à: $95\text{ °C} < 100\text{ °C}$.

e) Le volume du distillat est très petit: environ 2 mL sur 40 mL de distillat.

4) Séparation des phases aqueuses et organiques



Ampoule à décanter
après relargage

Phase organique:
huile essentielle

Phase aqueuse:
Eaux aromatiques



	Huile essentielle	Eau	Eau salée
Densité	0,86	1,0	
Solubilité des composés organiques		Peu soluble	Insoluble

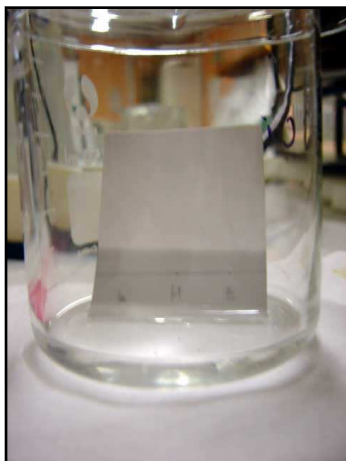
a) **Phase aqueuse** : densité 1,0 , **Phase organique** : densité 0,86. La phase aqueuse étant plus dense que la phase organique, elle constitue la phase inférieure.

b) Le **relargage** permet de bien séparer les phases aqueuse et organique. En effet, l'huile essentielle est peu soluble dans l'eau alors qu'elle est insoluble dans l'eau salée. L'ajout d'eau salée fait donc passer la faible quantité d'huile essentielle dissoute dans la phase aqueuse vers la phase organique.

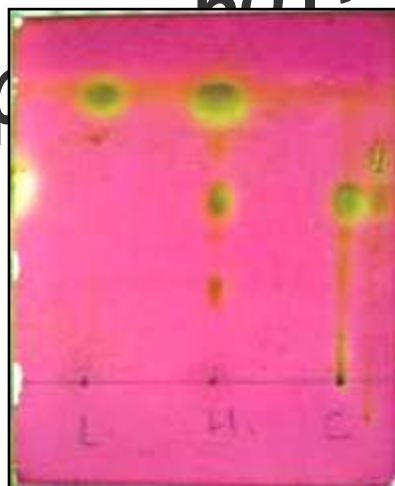
II. CHROMATOGRAPHIE SUR CCM DE L'HUILE ESSENTIELLE

1) Révélation de constituants incolores

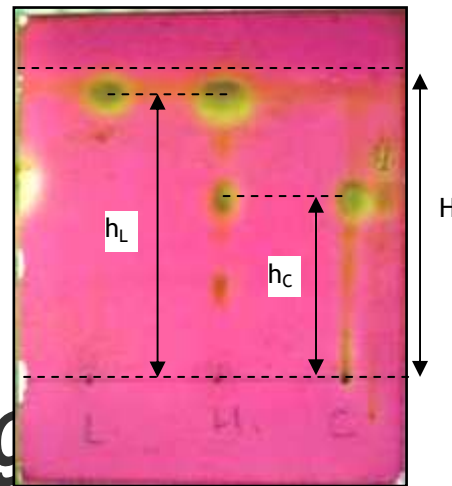
2) Chromatographie



Élution: les taches sont
invisibles



Mise en évidence du limonène et du
citral dans l'huile essentielle de



a) Le chromatogramme de l'huile essentielle de citron, montre une tache au même niveau que celle du limonène et une autre tache au même niveau que celle du citral.

On peut identifier le limonène et le citral dans l'huile essentielle de citron.

Une troisième tache est visible dans le chromatogramme de (H) mais non identifiable ici.

b) $H = 4,0 \text{ cm}$, $h_L = 3,7 \text{ cm}$, $h_C = 2,4 \text{ cm}$

$$R_f(C) = \frac{h_C}{H} = \frac{2,4}{4,0} = 0,60$$

$$R_f(L) = \frac{h_L}{H} = \frac{3,7}{4,0} = 0,93$$

Pour le même éluant et la même phase fixe les tables donnent pour le limonène: $R_f = 0,90$ (écart de 3 %).