

Extraire et identifier

TPAI

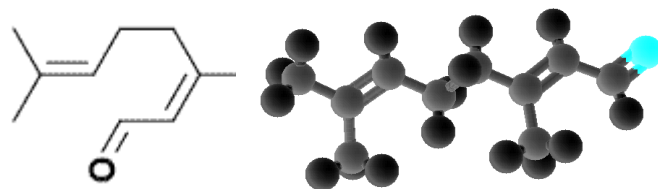
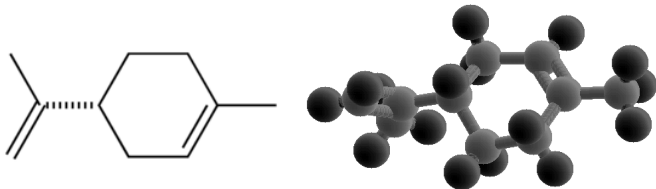
## OBJECTIFS

- Extraire par hydrodistillation l'huile essentielle de l'écorce d'oranges, de citrons
- Identifier la présence éventuelle de citral et limonène dans ces essences, par chromatographie sur couche mince (C.C.M.)

Voici les formules de ces deux composés :

Limonène : 1-méthyl-4-prop-1-èn-2-yl-cyclohexène

Citral : 3,7-Diméthyl-2,6-octadiène



Question : 1- Quel nom donne-t-on à cette écriture des formules ?

2- donner la formule brute de ces deux composés

## EXTRACTION PAR HYDRODISTILLATION( ou entraînement à la vapeur)

### 1- Préparation de la macération

Avant le TP les opérations suivantes ont été réalisées :

- Laver une orange ou un citron pour éliminer les produits de conservation
- Prélever le zeste extérieur
- Découper ce zeste en petits morceaux que l'on place dans 150 ml d'eau tiède
- Laisser macérer quelques minutes et broyer au mixer.
- Verser dans un ballon de 250 mL



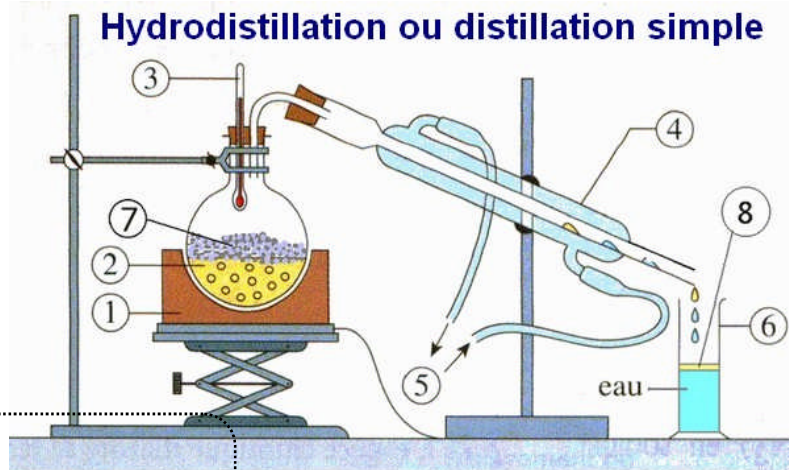
### 2- Hydrodistillation

a)Principe : Les espèces chimiques odorantes sont faites de molécules peu ou pas solubles dans l'eau mais souvent volatiles. Initialement mélangées à l'eau, elles se vaporisent par chauffage et sont entraînées par la vapeur d'eau vers un réfrigérant où elles se condensent ( ainsi que l'eau). A la sortie du réfrigérant on recueille un liquide, le distillat ; en général il est formé de deux liquides non miscibles appelés phases.

Question : 2- Donner la signification des mots suivants : volatil, miscibles, condensation

### b).Protocole

- Réaliser le montage et vérifier que les différentes parties sont bien fixées.
- Placer le thermomètre de façon à suivre la température des vapeurs entrant dans le réfrigérant
- Faire circuler l'eau froide.
- Mettre en route le chauffage et surveiller l'ébullition.
- Arrêter le chauffage lorsque le distillat a un volume de 30 ml environ
- Descendre l'élévateur. Laisser la circulation d'eau encore quelques minutes.



Questions : 3-Légènder le schéma

4- Noter la température des vapeurs qui circulent ? Conclure.

5- Où se situe l'arrivée d'eau, en A ou en B ?

6- Qu'observe-t-on dans l'éprouvette ? faire un schéma légendé

### 3- Relargage

- Verser le contenu de l'éprouvette dans un erlenmeyer de 100 mL. La rincer et récupérer les eaux de rinçage.
- Prélever 1 ml environ de phase aqueuse et les mettre dans un tube n°1
- Ajouter 3 spatules de sel dans l'erlenmeyer, agiter. Ajouter du sel jusqu'à saturation.
- Prélever à nouveau 1 ml de la phase aqueuse et les mettre dans un tube n°2

Questions : 7- Sentir ces deux tubes à essais. Que constatez-vous ?

8-Quel est le rôle de l'ajout de sel à la phase aqueuse ?

9- A l'aide des données, déterminez l'autre rôle de cette étape appelée relargage.

10- Qu'est une solution saturée de sel ?

### 4- Extraction par solvant :

- Introduire le mélange obtenu dans l'ampoule à décanter.
- Ajouter 3 mL environ de cyclohexane dans l'ampoule. Refermer soigneusement.

- Agiter vigoureusement le mélange en dégazant de temps en temps pour éliminer les surpressions.
- Placer l'ampoule à décanter sur son support et laisser décanter.
- Soutirer un peu de phase aqueuse dans un tube à essai n°3 et comparer l'odeur à celle des tubes précédents. Eliminer le reste de la phase aqueuse
- Récupérer la phase organique dans un erlenmeyer.

**Questions :** 11- Quelles doivent être les caractéristiques du solvant à utiliser pour extraire les huiles essentielles du distillat.

12-Schématiser l'ampoule à décanter en indiquant la nature des phases. Justifier la position des phases.

5- Séchage de la phase organique

Il a pour but d'éliminer les traces d'eau encore présentes dans la phase organique. On ajoute pour cela des cristaux d'un desséchant (par exemple le sulfate de magnésium anhydre)

## CARACTERISATION DES ESPECES PAR CHROMATOGRAPHIE

On souhaite identifier deux constituants : le limonène et le citral.

support	éluant	révélation
Plaque de silice sensible aux UV	Cyclohexane/ether diéthylique 60/20	UV ou réaction chimique

1- Préparation de la cuve :

Verser 10 mL d'éluant dans le pot et couvrir.

2- Préparation de la phase fixe et des dépôts :

Sur une plaque de silice tracer la ligne des dépôts à 1 cm du bas.

Un membre du binôme fait les 3 dépôts suivants : L (limonène) C (citral) Ci (citron)

L'autre membre réalise les 4 dépôts suivants : L(limonène) C(citral) O (orange) J(jus d'orange)

Pour chaque dépôt renouveler l'opération en laissant sécher entre deux couches.

3- Elution :

- Placer délicatement la plaque dans la cuve et refermer.
- Laisser éluer jusqu'à 0,5 cm du haut. Retirer la plaque et repérer le front du solvant.

4- Révélation :

Placer la plaque sous la lampe à UV et entourer les tâches qui apparaissent

**OU** Tremper la plaque dans une solution de permanganate de potassium, les tâches apparaissent blanches sur fond rose.

**Questions :** 13- Pourquoi recouvre-t-on la cuve ?

14- Pourquoi réalise-t-on plusieurs dépôts au même endroit ?

15-Coller le chromatogramme et en tirer toutes les conclusions possibles

16- Rappeler la définition du rapport frontal et calculer celui du citral et celui du limonène.

## DONNEES

Citral		limonène		cyclohexane	
<b>Général</b>		<b>Général</b>		<b>Général</b>	
Formule brute	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O [Isomères] 152,233821 g·mol <sup>-1</sup>	Formule brute	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> [Isomères] 136,234416 g·mol <sup>-1</sup>	Formule brute	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> [Isomères] 84,159708 g·mol <sup>-1</sup>
Nom IUPAC	3,7-Dimethyl-2,6-octadiène	Nom IUPAC	1-méthyl-4-prop-1-èn-2-yl-cyclohexène	Nom IUPAC	cyclohexane
Apparence	liquide jaune pâle à forte odeur de citron	Apparence	Liquide jaune	Apparence	liquide incolore
<b>Propriétés physiques</b>		<b>Propriétés physiques</b>		<b>Propriétés physiques</b>	
Température de vaporisation	229°C (502 K)	Température de fusion	-95,5 °C	Solubilité	non miscible avec l'eau, miscible avec l'éthanol
Solubilité	insoluble dans l'eau, très soluble dans les solvants organiques	Température de vaporisation	178,00 °C	Densité	0,779 (liquide)
Densité	0,888 - liquide	Solubilité	Insoluble dans l'eau.	<b>Toxicologie</b>	
		Densité	0,8402 (liquide)	Classification UE	

## CHROMATOGRAPHIE

La chromatographie est une méthode de séparation et d'identification des espèces chimiques contenues dans un mélange.

**Principe de la chromatographie :**

Une chromatographie d'adsorption comporte une phase fixe solide et une phase mobile : l'éluant. Le solide est l'adsorbant. Les espèces chimiques déposées sont entraînées par l'éluant. Elles peuvent se fixer momentanément sur la phase fixe : c'est le phénomène d'adsorption. La vitesse de déplacement des espèces dépend donc de leur solubilité dans l'éluant et de leur affinité avec l'adsorbant. Une espèce très soluble dans l'éluant et peu adsorbée aura une vitesse de déplacement importante.