

TS Spécialité	Chimie	Extraction du citral et du limonène de l'écorce d'orange	Exercice résolu
--------------------------	--------	---	----------------------------

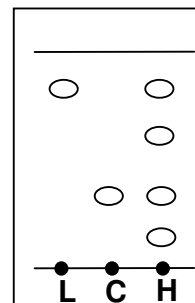
Enoncé

On cherche à extraire par hydrodistillation du limonène L et du citral C des écorces d'orange. Des zestes d'écorces d'oranges sont mixés, mélangés à de l'eau distillée. Le mélange est introduit dans un ballon à fond rond.

On réalise un montage d'hydrodistillation, on porte le mélange à ébullition, puis on laisse distiller. On récupère l'hydrodistillat dans un récipient.

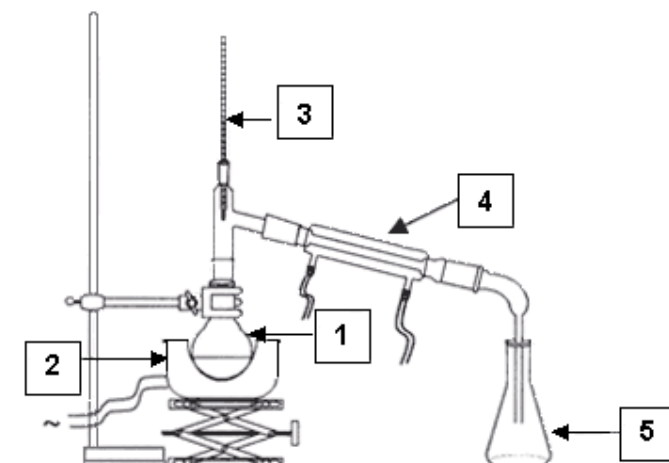
Lorsque la température en tête de colonne augmente, on arrête le chauffage et on verse l'hydrodistillat dans une ampoule à décanter. On y ajoute une solution saturée de chlorure de sodium, puis après avoir agité et laissé décanter, on recueille la phase supérieure constituée par l'huile essentielle H.

Afin d'identifier les constituants de l'huile extraite, on réalise une chromatographie sur couche mince (CCM) avec un éluant constitué d'un mélange de cyclohexane et d'éther diéthylique. Après révélation aux UV, on obtient le chromatogramme représenté ci-contre.



1. Légender le schéma donné en annexe. Préciser, sur ce schéma, le sens de circulation de l'eau dans l'élément n°4.
2. Pourquoi arrête-t-on le chauffage lorsque la température en tête de colonne augmente ? Comment peut-on arrêter très rapidement le chauffage alors que le chauffe-ballon possède une grande inertie thermique (sa température diminue très lentement) ?
3. Pourquoi ajoute-t-on une solution saturée de chlorure de sodium au distillat ?
4. a) Comment nomme-t-on les deux lignes marquées sur la plaque ?
b) Interpréter le chromatogramme obtenu.
c) Sachant que le citral et le limonène présentent sensiblement la même affinité avec la phase fixe, dire quelle espèce est la plus soluble dans l'éluant et calculer le rapport frontal de cette espèce.

Annexe



1	
2	
3	
4	
5	

1. Légendez le schéma donné en annexe. Précisez, sur le schéma, le sens de circulation de l'eau dans l'élément n°4.

1	Ballon à fond rond
2	Chauffe ballon électrique
3	Thermomètre
4	Réfrigérant droit
5	Erlenmeyer

Rq : l'eau rentre par le bas du réfrigérant et sort par le haut.

2. Pourquoi arrête-t-on le chauffage lorsque la température en tête de colonne augmente ? Comment peut-on arrêter très rapidement le chauffage alors que le chauffe-ballon possède une grande inertie thermique (sa température diminue très lentement) ?

On arrête le chauffage pour ne pas atteindre la température d'ébullition d'une autre espèce chimique présente dans le mélange et indésirable dans l'hydrodistillat.

On peut arrêter très rapidement le chauffage en faisant descendre le support élévateur placé sous le chauffe ballon.

3. Pourquoi ajoute-t-on une solution saturée de chlorure de sodium au distillat ?

On peut supposer que l'huile essentielle est très peu soluble dans l'eau salée.

4. a) Comment nomme-t-on les deux lignes marquées sur la plaque ?

La ligne inférieure est la ligne de dépôt et la ligne supérieure est le front de solvant.

b) Interpréter le chromatogramme obtenu.

L'huile essentielle obtenue contient du limonène et du citral (taches 1 et 3). Elle contient également au moins 2 autres espèces chimiques non identifiées.

c) Sachant que le citral et le limonène présentent sensiblement la même affinité avec la phase fixe, dire quelle espèce est la plus soluble dans l'éluant et calculer le rapport frontal R_f de cette espèce.

L'espèce la plus soluble est le limonène car c'est elle qui est entraînée le plus haut par le solvant.

Son rapport frontal est : $R_f = \frac{h}{H}$ soit : $R_f = 8,3 \times 10^{-1}$

