

TP 3 hydrodistillation

Principe de l'hydrodistillation

L'hydrodistillation est la distillation d'un mélange hétérogène d'eau et d'un liquide organique contenu ici dans des plantes ou des graines. Son objectif est de récupérer le composé organique appelé huile essentielle.

Observer le dispositif utilisé. Faire un schéma soigné ; nommer toutes les parties de l'appareil.

Expliquer le fonctionnement du dispositif. Indiquer sur le schéma l'arrivée et la sortie de l'eau du réfrigérant.

Quel est l'aspect du distillat obtenu ? Recueille-t-on de l'huile essentielle ?

Quelle odeur a le distillat obtenu ?

Quelle est la substance chimique responsable de l'odeur du distillat ?

Vous allez procéder successivement à l'hydrodistillation :

Des fleurs de lavande, de la cannelle, des clous de girofle, des oranges et citrons.

Préparation du mélange

Écraser soigneusement, dans un mortier la substance à hydrodistiller.

On pèsera 15g de girofle ou 10g de fleurs de lavande.

Le bouilleur ne doit pas être rempli à plus de 3/4 de son volume. On se contentera, ici d'utiliser, en tout, 150 mL d'eau.

On introduira avant de reboucher soigneusement le bouilleur, quelques grains de pierre ponce.

Questions :

Pourquoi ne doit-on pas dépasser 3/4 du volume du bouilleur ?

Quel est le rôle de la pierre ponce ?

Le distillat

Il faut régler l'intensité du chauffage pour que le distillat s'écoule lentement, goutte-à-goutte.

Noter le sens de l'écoulement dans le réfrigérant.

Le distillat est récupéré dans un petit erlène gradué.

Questions :

Pourquoi récupère-t-on le distillat goutte à goutte ?

Quel est l'intérêt de cette disposition du réfrigérant ?

Quel est l'avantage de l'erylène sur le becher, ici ?

Décantation, filtration.

L'ensemble du distillat est placé dans une ampoule à décanter bouchée !

On introduit 3g de sel dans le mélange et l'on agite fortement l'ampoule pendant quelques secondes en prenant soin de la purger régulièrement.

Il faut laisser décanter pendant cinq minutes environ. Faire le schéma du dispositif de décantation pendant ce temps.

La décantation terminée, récupérer la phase aqueuse dans l'erylène, (il n'est pas nécessaire de le nettoyer) et la phase organique dans un tube à essais, bouché et étiqueté. Si le produit est trouble et en quantité suffisante, on procède à un filtrage sur un tout petit papier-filtre.

Le filtrat obtenu est séché avec du carbonate de potassium.

Questions :

- Quel est le rôle du sel, de l'agitation ?
- Pourquoi doit-on purger l'ampoule à décanter ?
- Comment explique-t-on que la décantation soit si lente ?
- Pourquoi ne pas nettoyer l'êrène ?
- Pourquoi un petit filtre ?
- Quel est le rôle du carbonate de potassium ?

Extraction plus poussée

Après décantation, la phase aqueuse contient encore de l'huile essentielle en solution que l'on peut extraire, de nouveau avec un solvant organique comme le cyclohexane.

Verser dans l'êrène 10 mL de cyclohexane et agiter fortement. Il faut de nouveau décanter pour récupérer la phase organique qui est à présent une solution d'huile essentielle dans le cyclohexane.

Pour se débarrasser du cyclohexane, on pourrait faire une nouvelle distillation, mais il y a peu de produit. On se contente de chauffer le tube à essais dans un bain marie, à ébullition douce, pendant 5 minutes.

Questions :

- Pourquoi la phase aqueuse contient-elle encore de l'huile essentielle ?
- Quel est le principe utiliser dans ce mélange avec le cyclohexane ?
- En quoi la faible quantité de produit gênerait- elle une distillation ?
- Que se passe-t-il lorsque la solution est chauffée au bain marie ?
- Pourquoi ne pas chauffer directement le tube à essais sur le bec bunsen ?
- Quelle précaution faut-il prendre pendant cette opération ?

Données :

Regarder avec attention le tableau suivant.

	Eau	Eau salée	Cyclohexane	Acétate de linalyle
Densité	1	env1,1	0,78	0,89
Solubilité dans l'eau			Nulle	faible
solubilité dans l'eau salée			nulle	très faible
solubilité dans le cyclohexane	nulle	nulle		très soluble