

TP sur l' hydro-distillation

Il existe de nombreuses techniques utilisées pour extraire les huiles essentielles, cependant les plus pratiquées restent l'expression et la distillation.

1. Un peu d'histoire la distillation

On attribue la découverte de cette technique au médecin et philosophe persan **Avicenne**, cependant il semblerait que les égyptiens eurent trouvé une technique très proche de celle-ci.

La distillation consiste à chauffer l'élément donc nous souhaitons obtenir l'huile essentielle en le plongeant dans l'eau portée à ébullition, ou en le mettant directement en contact avec la vapeur.

L'alliance de la vapeur et de la chaleur **éclate la structure cellulaire** du matériel végétal et libère son huile essentielle. La **vapeur d'eau** entraîne les composés volatils vers le réfrigérant, ils redeviennent ensuite à **l'état liquide**. On obtient alors **deux phases liquide** : l'huile essentielle et l'eau. Lorsque l'huile est plus légère que l'eau, ce qui est très souvent le cas excepté pour les clous de girofles, l'huile est alors au dessus. On procède par décantation pour séparer les 2 phases pour ensuite récupérer la phase huileuse.

Il est aussi possible de récupérer la phase aqueuse, on s'en sert comme eau aromatique. C'est ainsi que l'eau de rose que l'on trouve dans les commerces est fabriquée.

On veut obtenir l'huile essentielle(HE) du citron.

2. Matériels utilisés

- ✓ Citron
- ✓ éplucheur, ciseau
- ✓ ballons
- ✓ grains de pierre ponce, solvant(cyclohexane)
- ✓ appareil à distillation
- ✓ chauffe ballon
- ✓ 2 béchers
- ✓ ampoule à décanter avec support

3. Consignes

- Faites l'expérience avec votre professeur
- Travaillez en groupe

4. 1^{ère} étape : la distillation

L'huile essentielle de citron est contenue dans son écorce, donc commencer par décortiquer le citron pour ne récupérer que l'écorce, puis couper en petits morceaux afin d'obtenir que des zestes.

Disposer le tout dans un ballon. Dans celui-ci, ajouter 100mL d'eau distillée ainsi que 2 grains de pierre ponce qui vont permettre de réguler l'ébullition afin que seule de petites bulles de vapeur puissent se former.



Replacer le ballon dans le montage (voir schéma ci-dessous) puis allumer le chauffe ballon et le robinet d'eau afin de laisser passer l'eau à travers le réfrigérant.



Attendre environ 20mn et les premières gouttes de distillats apparaissent dans le bécher.

La température du mélange dans le ballon se maintient à 97°C. La température n'attendra pas les 100 °C car la température d'ébullition est inférieure au solvant le plus volatil, ici il s'agit de l'eau qui a donc pour température 100°C, donc la température du mélange sera inférieure à celle-ci.

La durée de la distillation dépendra de votre expérience.

Vous pouvez voir les deux phases obtenues : en dessus, il s'agit de l'huile essentielle de citron et eau dessous, de l'eau de citron.

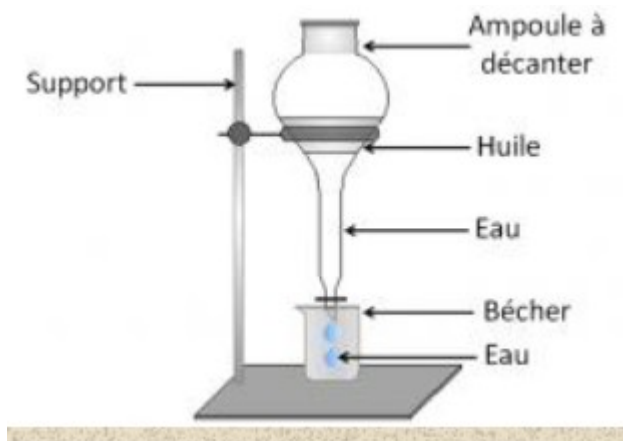


5. 2^{ème} étape: La décantation

On utilise la décantation lorsque on souhaite séparer deux phases non miscibles. Ici, séparer l'huile essentielle de citron de la phase aqueuse.

Pour extraire l'huile essentielle du mélange, vous avez besoin d'un solvant. Utiliser le cyclohexane.

Commencer par placer un l'ampoule à décanter sur le support ainsi qu'un bécher sous l'ampoule.



Vérifier que l'ampoule est bien fermée puis verser le filtrat obtenu avec l'hydro distillation ainsi que 10 mL de cyclohexane et reboucher l'ampoule. Il faut agiter l'ampoule tout en dégazant afin de rééquilibrer la pression qui se trouve à l'intérieur de l'ampoule dû à l'évaporation des solvants, il ne faut surtout pas oublier cette étape car avec trop de pression, l'ampoule pourrait exploser. N'oublier pas de vérifier si il n'y a personne lorsqu'on dégaze.

Déboucher l'ampoule puis laisser reposer pendant quelques minutes puis vider la phase aqueuse dans un premier bécher et enfin, récupérer l'huile dans un second bécher.

Vous allez enfin obtenu votre huile essentielle de citron!

6. Questions

a- Quel est le volume minimum d'eau nécessaire pour que toute la surface extérieure des écorces de citron soit en contact avec l'eau ?

b-L'eau et les substances végétales, mélangées dans des proportions définies, forment un mélange azéotrope ou azéotropique, c'est-à-dire dont la température d'ébullition commune :

- est inférieure à leurs températures d'ébullition respectives
- reste constante jusqu'à la disparition totale d'un des 2 composés.

L'hydro-distillation est basée sur ce principe. Lorsque l'on chauffe le mélange et que celui-ci atteint la température d'ébullition de l'azéotrope, qui est la plus basse, l'eau et l'huile essentielle s'évaporent en même temps.

Comment atteindre plus rapidement cette température d'ébullition pour améliorer le rendement de l'hydro-distillation ?

c- Comment trouvez-vous la durée d'extraction pour permettre un rendement maximum (pour pouvoir récupérer la totalité de l'huile essentielle du citron) ?

d- Quel est le plus préférable, l'hydro-distillation du citron fraîche ou l'hydro-distillation du citron sec? Justifier votre réponse.

e- Quel est le plus rentable, extraire l'HE en une seule fois utilisant 40mL de solvant ou 2 extractions successives de 20mL de solvant