EXERCICE 3 : EXTRACTION DU LIMONÈNE ET DU CITRAL DANS L'ÉCORCE D'ORANGE (4 points)
Réunion 2008

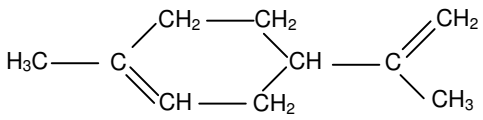
Les parties 1,2 et 3 sont indépendantes.

Les huiles essentielles sont des mélanges de composés organiques peu solubles dans l'eau qui confèrent aux plantes et aux fruits leur odeur.

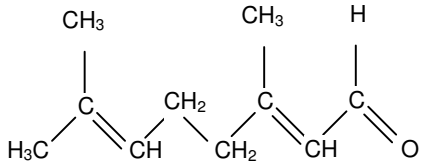
L'écorce de nombreux agrumes contient du limonène L et du citral C.
L'huile essentielle est extraite par hydrodistillation. Elle est ensuite isolée par une technique appropriée. Le composé principal de l'huile est identifié par chromatographie.

1. Formules et groupes caractéristiques

Les formules semi-développées de ces deux composés sont :



Limonène L



Citral C

1.1. L'eau de brome est décolorée en présence de limonène. Recopier la formule de la molécule sur la copie, et entourer la (ou les) partie(s) responsable(s) de la décoloration.

1.2. Le test à la liqueur de Fehling est positif en présence de citral. Quel groupe caractéristique du citral est ainsi mis en évidence ?

2. Protocole expérimental

On se propose d'analyser le protocole suivant :

*** Étape 1 :**

- Prélever le zeste de deux oranges, les mixer et les introduire dans un ballon avec de l'eau distillée.
- Réaliser le montage d'hydrodistillation et porter à ébullition.
- Recueillir le distillat dans une éprouvette graduée.

*** Étape 2 :**

- Verser le distillat dans un verre à pied.
- Ajouter un peu d'une solution saturée de chlorure de sodium et agiter.

*** Étape 3 :**

- Verser dans une ampoule à décanter.
- Introduire quelques millilitres de dichlorométhane dans l'ampoule, agiter en purgeant régulièrement.
- Laisser décanter et récupérer la phase organique.
- Introduire dans la phase organique une spatule de sulfate de magnésium anhydre.

Données Physico-chimiques :

Le tableau ci-dessous donne, entre autres informations, la solubilité des produits utilisés :

***tps** : très peu soluble*
***i** : insoluble,*
∞ : soluble en toutes proportions

Nom courant	*M (g.mol^{-1})*	*d*	*θ_{vap}(°C) sous 1,013 bar*	*Solubilité (g pour 100 mL)*				
				Dans l'eau	*Dans l'eau salée*	*Dans l'éther*	*Dans le cyclohexane*	*Dans le dichlorométhane*
Limonène	*136,2*	*0,842*	*177*	***tps***	***i***	*∞*	*∞*	*∞*
Citral	*152,2*	*0,888*	*220-5*	***tps***	***i***	*∞*	*∞*	*∞*
Eau salée		*1,1*						
Dichlorométhane	*85*	*1,30*	*40*					

2.1. Donner le nom et l'utilité des trois montages proposés en **annexe à remettre avec la copie.**
En déduire celui qui est adapté à la manipulation décrite dans l'étape 1.

2.2. Indiquer le sens de circulation de l'eau dans le réfrigérant sur le montage qui a été choisi.

2.3. Dans le protocole expérimental, quel est le nom donné à l'étape 2 ? Préciser son intérêt.

2.4. Pour l'étape 3, représenter l'ampoule à décanter en justifiant les positions respectives des deux phases. Préciser, en le justifiant, la phase dans laquelle se trouve majoritairement l'huile essentielle.

2.5. Quel est le rôle du sulfate de magnésium anhydre ?

3. Identification

Afin d'identifier les constituants de l'huile extraite, on réalise une chromatographie sur couche mince (CCM). L'éluant est un mélange de cyclohexane et d'éther.
On dépose 3 échantillons : limonène L, huile essentielle H et citral C.
Le chromatogramme obtenu est représenté **en annexe.**

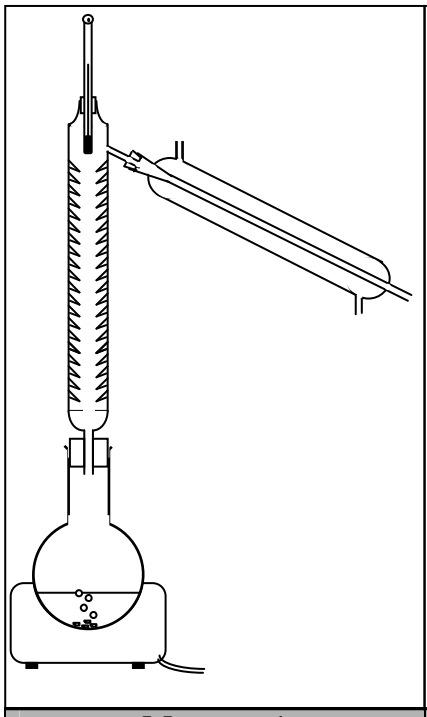
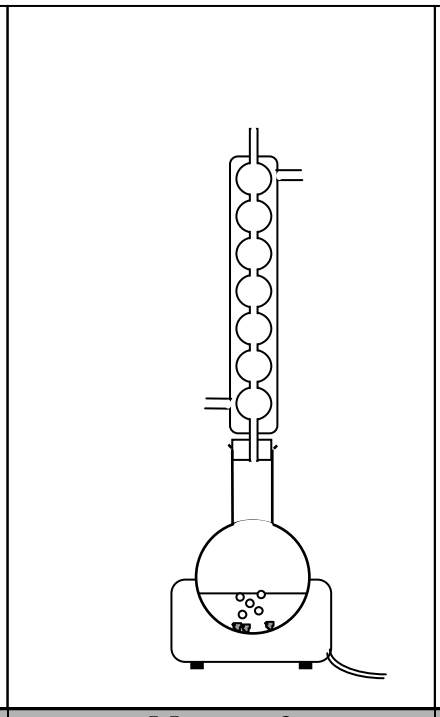
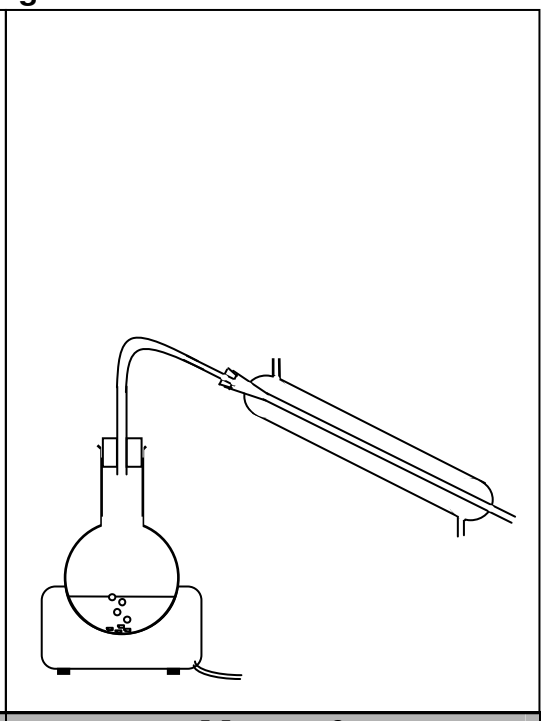
3.1. Que matérialisent les deux traits situés en haut et en bas du chromatogramme et repérés par les lettres A et B ?

3.2. Décrire le protocole qui a permis d'obtenir ce chromatogramme. On pourra s'aider de schémas.

3.3. Interpréter ce chromatogramme.

ANNEXE
(à remettre avec la copie)

Extraction du limonène et du citral dans l'écorce d'orange

		
Montage 1	**Montage 2**	**Montage 3**

Chromatogramme :

