Fiche n° 1 : DESCRIPTIF DU SUJET DESTINE AUX PROFESSEURS

Sujet : Huile essentielle d'écorce d'orange.

Ce sujet comporte deux parties :

- une chromatographie sur couche mince (c.c.m.)
- une extraction avec une ampoule à décanter.

Chronologie :

Le candidat doit préparer sa plaque de chromatographie et la mettre à éluer avec des produits fournis. Pendant ce temps, il procède à l'extraction, puis il révèle la plaque de chromatographie et répond aux questions.

Remarques et conseils sur la préparation du poste de travail.

Bien séparer sur la paillasse le matériel d'une part et les réactifs d'autre part. Étiqueter soigneusement les flacons.

Remarques et conseils sur le déroulement de l'épreuve et sur l'évaluation.

Le candidat doit faire appel au jury trois fois en cours d'épreuve :

- Une fois juste avant de déposer 3 microgouttes sur la plaque de chromatographie, le professeur vérifie alors la position des points et le diamètre le plus petit possible des microgouttes sur la plaque

- Une fois pour vérifier le produit obtenu par extraction, le professeur vérifie à l'odeur qu'il s'agit bien de la phase organique, apprécie le rendement de l'opération (volume obtenu peu différent de 10 mL), constate l'absence d'eau.

- Une fois pour la révélation du chromatogramme, le professeur observe et apprécie les taches obtenues.

Le professeur remplit la Fiche n°5 tout au long de l'épreuve. Il remplit la Fiche n°6 juste après l'épreuve. Une note finale est alors attribuée au candidat.

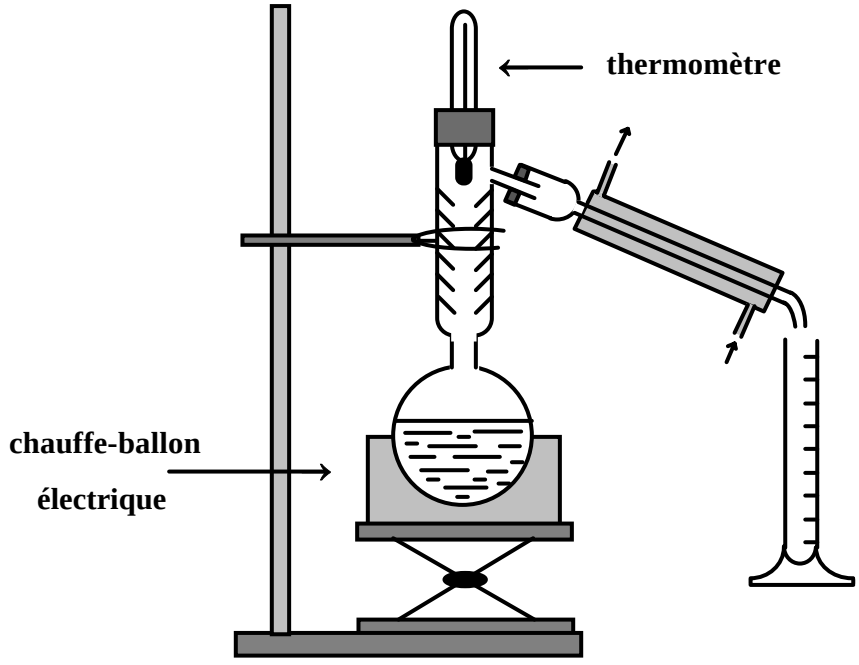
Fiche n° 2 : LISTE DE MATERIEL DESTINEE AUX PROFESSEURS ET AU PERSONNEL DE LABORATOIRE

Sujet : Huile essentielle d'écorce d'orange.

Matériel	Réactifs par poste
- 1 éprouvette graduée de 25 mL - 1 éprouvette graduée de 10 mL - 1 bécher haut de 250 mL - 1 bécher de 50 mL - 1 ampoule à décanter - 1 pipette graduée de 5 mL - 1 poire à pipeter - 2 erlenmeyers de 50 mL munis d'un bouchon - 2 plaques de c.c.m (Attention ! Prendre des - plaques spéciales pour révélation avec une lampe U.V et recouvertes de gel de silice) - 1 spatule - gants fins - pipettes Pasteur - papier "parafilm" - règle gradée - crayon à papier - feutre à verre - sèche-cheveux ou plaque électrique - 1 lampe U.V (λ = 254 nm)	- 1 petit flacon étiqueté "solution S" - (cf. ci-dessous) - 1 petit flacon étiqueté "mélange E (eau + limonène)" (cf. ci-dessous) - 1 petit flacon de jus d'orange étiqueté "solution O" - 1 petit flacon étiqueté "solution L" rempli d'une solution de limonène à 5% en volume dans du dichlorométhane - 1 petit flacon étiqueté "éluant" contenant du cyclohexane - 1 petit flacon pour recueillir les solvants chlorés étiqueté "solvants chlorés usagés" - 1 petit flacon étiqueté de solution de chlorure de sodium saturée - sulfate de magnésium anhydre

Obtention de la solution S :

Montage : (on peut aussi utiliser un ballon à tubulure latérale ou un ballon muni d'une colonne de Vigreux)



+ Prélever le zeste d'une orange avec le moins de peau blanche possible
+ Couper le zeste en petits morceaux et les placer dans le ballon
+ Ajouter 100 mL d'eau et quelques grains de pierre ponce
+ Effectuer l'hydrodistillation pendant 1 heure environ, à chauffage modéré
+ Recueillir dans l'éprouvette graduée environ 60 mL du distillat qui contient de l'eau sur laquelle surnagent quelques gouttes d'huile essentielle
+ Introduire le distillat dans une ampoule à décanter
+ A l'aide de la pipette graduée, y ajouter 5 mL de dichlorométhane

Attention! Le dichlorométhane est un solvant chloré nocif par inhalation ou absorption cutanée, donc ne pas oublier de munir la pipette d'une propipette. Jeter les déchets dans un flacon approprié et pas dans l'évier.

+ Agiter (en dégazant plusieurs fois)
+ Ajouter environ 10 mL de solution saturée de chlorure de sodium. Agiter
+ Extraire la phase inférieure et la recueillir dans un petit erlenmeyer bouché de 50 mL
+ Ajouter à nouveau 5 mL de dichlorométhane dans l'ampoule à décanter et recommencer les opérations
+ Rassembler les 2 phases organiques inférieures
+ Sur agitation magnétique, introduire petit à petit environ 3 g de sulfate de magnésium anhydre
+ Agiter 5 minutes
+ Recueillir la solution qui surnage dans le petit flacon étiqueté "solution S"

Cette préparation, assez longue, pourra servir pour tous les candidats, puisque l'on ne prélève que quelques microgouttes à chaque fois.

Attention! Le limonène est extrêmement volatil. Le flacon doit être rebouché immédiatement après chaque utilisation.

Obtention de la solution E :

Dans chaque flacon étiqueté "solution E" (un flacon par candidat), introduire 60 mL d'eau distillée et 1 mL mesuré à la pipette jaugée de limonène. Agiter. Le limonène surnage en partie.

Fiche n°3 : ENONCE DESTINE AUX CANDIDATS

Sujet : Huile essentielle d'écorce d'orange.

But de la manipulation :

On se propose :

- d'identifier par chromatographie sur couche mince (c.c.m.) le limonène, principal constituant de l'huile essentielle d'écorce d'orange,
- de procéder à l'extraction de ce composé à l'aide d'un solvant approprié.

Travail à effectuer.

Ce sujet est accompagné d'une feuille individuelle de réponses sur laquelle vous devez consigner tous vos résultats.

1- Préparation de la chromatographie.

+ Verser dans un bécher haut de 250 mL d'éluant sur une hauteur de 0,5 cm
+ Recouvrir hermétiquement le bécher d'un papier "parafilm

On dispose:

- d'huile essentielle d'écorce d'orange (qui a déjà été distillée et extraite par un solvant approprié), solution notée S,
- de jus d'orange, solution notée O,
- de limonène en solution dans le dichlorométhane, solution notée L.

Attention! Le dichlorométhane est un solvant chloré nocif par inhalation et absorption cutanée.

+ !!! Appeler le professeur au moment de déposer les microgouttes.

+ Déposer délicatement la plaque de c.c.m. dans le bécher contenant l'éluant,
+ Refermer le bécher.

2- Pendant l'élution, extraction de limonène.

+ Verser tout le mélange E dans l'ampoule à décanter,
+ A l'aide de la pipette graduée, y ajouter 5 mL de dichlorométhane,
+ Agiter (en dégazant plusieurs fois) ,
+ Ajouter environ 10 mL de solution saturée de chlorure de sodium. Agiter
+ Extraire la phase inférieure et la recueillir dans un petit erlenmeyer de 50 mL. Boucher l'erlenmeyer.
+ Ajouter à nouveau 5 mL de dichlorométhane dans l'ampoule à décanter et recommencer les opérations,
+ Rassembler les 2 phases organiques inférieures dans l'erlenmeyer,
+ Y ajouter une spatule de sulfate de magnésium anhydre. Agiter,
+ Recueillir la solution qui surnage dans l'éprouvette graduée de 25 mL,
+ Indiquer le volume obtenu sur la feuille réponse.

!!! Appeler le professeur

3- Révélation de la plaque de chromatographie.

+ Sortir la plaque c.c.m. du bécher
+ Marquer le front du solvant
+ Sécher 1 à 2 minutes au sèche-cheveux ou sur un plaque chauffante tiède
+ Placer la plaque sous la lampe U.V.
+ Entourer au crayon à papier les taches qui apparaissent

!!! Appeler le professeur

Le candidat doit restituer ce document au jury en sortant de la salle d'examen.

Ville : Etablissement

C14

Fiche n°4 : DOCUMENT REPONSE DU CANDIDAT

DOCUMENT A COMPLETER PENDANT L'EPREUVE ET A RENDRE AU JURY EN SORTANT DE LA SALLE D'EXAMEN.

NOM : **Manipulation :** **/ 15**

Prénom : **Fiche réponse :** **/ 5**

Note : **/20**

Numéro de candidat :
Classe :

Sujet : Huile essentielle d'écorce d'orange.

1) Agrafer la plaque de chromatographie en bas de cette feuille.

Numéroter 1, 2, 3 etc… les différentes taches et les identifier (si possible).

- tache 1 : .....
- tache 2 : .....
- tache 3 : .....

2) Entourer la bonne réponse :

Le jus d'orange contient du limonène	OUI	NON
L'écorce d'orange contient du limonène	OUI	NON
Le dichlorométhane est plus dense que l'eau	OUI	NON

3) A la fin de l'extraction, on agite la phase aqueuse en présence de sulfate de magnésium anhydre. Dans quel but ?

.....
.....

4) Volume obtenu en fin d'extraction : v = ml

Signature du candidat : **Nom et signature de l'évaluateur :**

Lycée :

Fiche n°5 : GRILLE D'OBSERVATION PENDANT LA SEANCE DESTINEE A L'EVALUATEUR

Sujet : Huile essentielle d'écorce d'orange.

Nom du candidat :				
N° du candidat :				
PIPETTE 2 points				
Pipetage à partir d'une petite quantité Utilisation de la poire à pipeter Pipetage correct Démontage de la poire à pipeter après utilisation				
DIVERS 3 points				
Reboucher le dichlorométhane Reboucher les autres flacons Respect de l'environnement				
AMPOULE A DECANTER 4 points				
Manipulation correcte Bouchon retiré quand on fait couler Ordre de grandeur du volume obtenu				
CHROMATOGRAPHIE 6 points				
Soin - Gants Utilisation du crayon à papier S, O et L bien placés Taille des microgouttes Changement de pipette Pasteur après chaque prélèvement				
TOTAL sur 15 points				

Chaque croix vaut 0,5 point

Nom et signature de l'évaluateur:

Fiche n°6 : BAREME DESTINE A L'AVALUATEUR

Sujet : Huile essentielle d'écorce d'orange.

		Barême
Evaluation pendant la séance (voir grille) :		15 points
Evaluation sur la fiche réponse élève :		
1) On obtient : - une tache au même niveau à la verticale de S et de L: c'est du limonène - parfois une petite tache à la verticale de S et en dessous de la tache précédente (que l'on ne peut pas identifier) - aucune tache à la verticale de O		1 point
2) Le jus d'orange contient du limonène	NON	1 point
L'écorce d'orange contient du limonène	OUI	1 point
Le dichlorométhane est plus dense que l'eau	OUI	1 point
3) Pour sécher la phase organique		0,5 point
4) Volume obtenu supérieur à 7 mL		0,5 point
TOTAL		**/20**