TP n°4 - PC

Une lessive odeur menthe

Le menthol : extraction et dosage

Hydrodistillation, pureté, pureté optique

Le but de ce TP est d'extraire l'huile essentielle de feuilles de menthe puis de l'analyser.

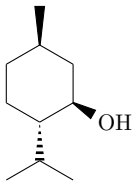


FIGURE 1 – Formule topologique du (−)-menthol

A Questions préliminaires

Q.1. Donner les descripteurs stéréochimiques de tous les centres stéréogènes du (−)-menthol. Représenter sa conformation chaise correspondante.

Q.2. La (−)-menthone est le produit d'oxydation contrôlée/douce du (−)-menthol, donner sa formule topologique.

Q.3. Rappeler la loi de Biot exprimant le pouvoir rotatoire d'une solution contenant des substances chirales. Nommer l'appareil permettant sa mesure au laboratoire.

B Obtention de l'huile essentielle extraite de feuilles de menthe

B.I Entraînement à la vapeur d'eau

L'huile essentielle de menthe est obtenue par entraînement à la vapeur d'eau. Pour cela, on utilise un montage d'hydrodistillation.

Protocole :

— Broyer à l'aide d'un mortier, en ajoutant un peu d'eau, environ 10 g de feuilles de menthe coupées aux ciseaux.

— Introduire dans un ballon de 250 mL les feuilles de menthe broyées et les recouvrir avec de l'eau jusqu'à la moitié du ballon.

— Adapter une tête de distillation équipée d'un thermomètre, d'un réfrigérant droit et d'une allonge afin de réaliser l'hydrodistillation.

— Porter à ébullition le contenu du ballon et distiller.

Observer l'aspect du distillat au cours de l'entraînement. Recueillir 30 mL de distillat.

Q.4. Effectuer un schéma légendé du montage.

Q.5. Indiquer la valeur d'une température caractéristique observée lors de l'expérience. Pourquoi est-elle en-dessous de 100°C ? [(1)]

Q.6. Expliquer l'aspect du distillat.

B.II Traitement du distillat

Protocole :

- Ajouter 2 g de chlorure de sodium (NaCl), agiter jusqu'à dissolution totale et transvaser dans une ampoule à décanter.
- Réaliser une extraction avec deux fois 5 mL de cyclohexane.
- Sécher la phase organique avec du carbonate de calcium anhydre et effectuer une filtration simple.
- Évaporer le solvant. *On rassemblera les phases organiques séchées de telle sorte à couper la classe en deux groupes.*

Q.7. Expliquer le but de l'ajout de sel, et l'on nommera cette opération.

Q.8. Pour chacune des deux extractions, doit-on arrêter avant ou après la séparation de phase dans l'ampoule à décanter ? Justifier.

Q.9. Expliquer l'intérêt du séchage de la phase organique.

C Analyses du menthol

C.I Pureté de l'huile essentielle obtenue

Tester la pureté de l'huile essentielle obtenue.

Q.10. Noter le résultat obtenu. L'huile essentielle obtenue est-elle pure ?

C.II Pureté optique d'un menthol commercial

On trouve aisément du DL-menthol sur Internet. Nous allons ainsi vérifier si ce menthol contient bien autant de composé D que de composé L.

Q.11. A quoi correspondent (+) et (−) dans la nomenclature ? Quel est le pouvoir rotatoire théorique d'une solution de DL-menthol ?

Protocole : Mesurer le pouvoir rotatoire d'une solution éthanolique de concentration massique en DL-menthol $c_{DL} = 50$ g/L à l'aide d'un polarimètre de Laurent.

Q.12. Noter la mesure obtenue et conclure.

Données

- Température d'ébullition du menthol : 212°C
- Indice de réfraction du menthol à 20°C : $n = 1.4615$.
- Pouvoir rotatoire spécifique du (−)-menthol : $[\alpha] = -50°.\,\mathrm{L}\cdot\mathrm{dm}^{-1}\cdot\mathrm{g}^{-1}$
- Équivalences de nomenclature :
  - L-menthol = (−)-menthol
  - D-menthol = (+)-menthol [(2)]

(1). Vous y répondrez quand vous aurez vu le chapitre sur les diagrammes binaires.
(2). Attention, ce n'est pas tout le temps le cas !

Détermination de la concentration micellaire critique du SDS

Conductimétrie, CMC

Le SDS (*sodium dodecylsulfate*) est un tensioactif largement utilisé de formule topologique ci-dessous :

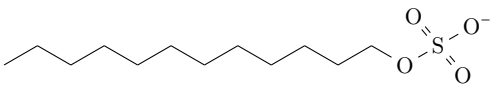


FIGURE 2 – Formule topologique du SDS

Q.1. Justifier, grâce à sa formule topologique, que le SDS est un tensioactif.

La concentration micellaire critique est la concentration à partir de laquelle des micelles se forment.

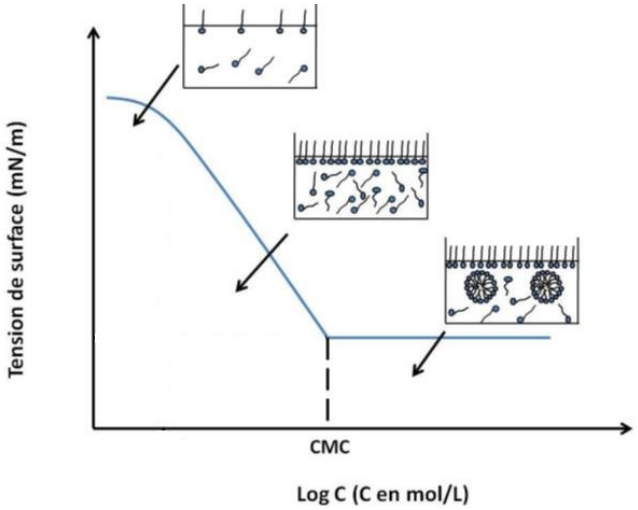


FIGURE 3 – Évolution de la tension de surface en fonction de la concentration [3]

D Mode opératoire

- Prélever $V_0 = 50$ mL d'eau distillée et les introduire dans un bécher de 100 mL.
- Remplir doucement la burette à l'aide de la solution de tensioactif à $C = 4.0 \times 10^{-2}$ mol/L.
- Attendre que la mousse soit partie.
- Mesurer la conductivité tous les 1 mL.

E Exploitation des résultats

Tracer la conductivité **corrigée** en fonction du volume versé sur Regressi.

Q.2. A quel volume correspond la concentration micellaire critique ?

Q.3. En déduire la concentration micellaire critique du SDS.

Q.4. Justifier qualitativement l'allure de la courbe $\sigma_{\text{corr}}(V)$.

(3). d'après la thèse d'A. Franche, *Amphiphiles azobenzéniques : potentiel et relations structure-activité pour la lyse cellulaire.*