

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.

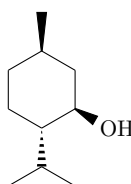


FIGURE 1 – Formule topologique du (-)-menthol

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 $c_{DL} = 50 \text{ g/L}$ 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 : $[\alpha] = -50^\circ \cdot \text{L} \cdot \text{dm}^{-1} \cdot \text{g}^{-1}$
- 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 :

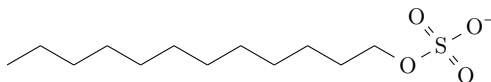


FIGURE 2 – Formule topologique du SDS

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.

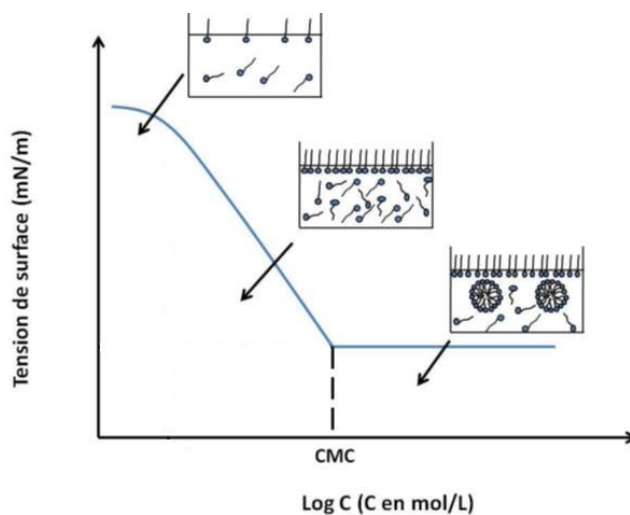


FIGURE 3 – Évolution de la tension de surface en fonction de la concentration ⁽³⁾

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 $\sigma(V)$.

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