

TS Spécialité	Chimie	Le sirop de menthe	Exercice résolu
--------------------------	---------------	---------------------------	----------------------------

Enoncé

Les trois parties sont indépendantes.

L'objectif de cet exercice est d'étudier une méthode d'extraction d'un arôme naturel de menthe puis d'analyser les colorants contenus dans un sirop de menthe.

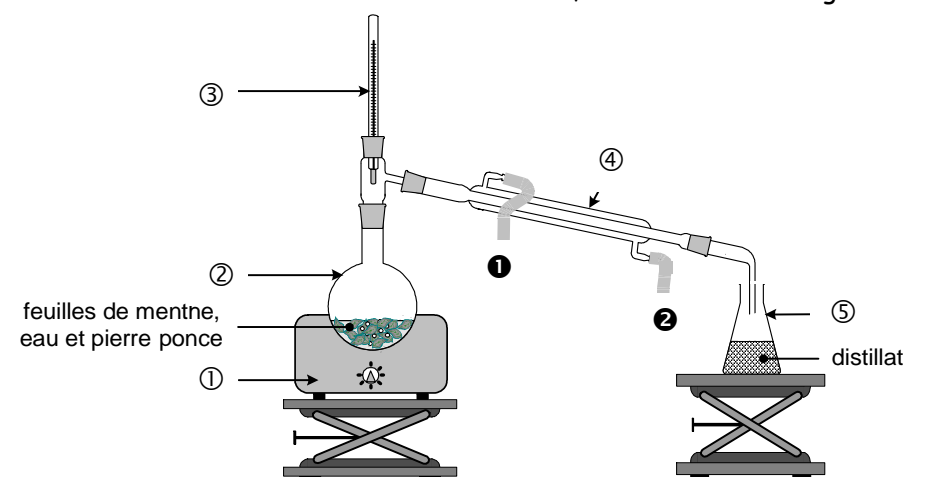
I. Première partie : extraction de l'arôme naturel de menthe

Données :

	Huile essentielle de menthe	Dichlorométhane	Eau salée saturée
Densité par rapport à l'eau	0,9	1,3	1,1
Solubilité dans l'eau	faible	quasi nulle	-
Solubilité dans l'eau salée	très faible	quasi nulle	-
Solubilité dans le dichlorométhane	importante	-	quasi nulle
	Menthol	Dichlorométhane	Menthone
Température d'ébullition	212°C	40°C	207°C

L'arôme naturel de menthe est principalement dû à deux molécules : le menthol et la menthone que l'on trouve dans l'huile essentielle de menthe. Cette dernière est extraite à partir des feuilles de menthe.

1. Pour extraire l'arôme naturel de menthe au laboratoire, on utilise le montage schématisé ci-dessous :



- Quel est le nom du procédé d'extraction correspondant à ce montage ?
- Légénder le montage en complétant le tableau en annexe 1.
- Quel est le rôle de la pierre ponce ?
- Préciser le rôle de l'élément n°4.

2. Le distillat obtenu est trouble car il contient deux phases mal séparées : l'huile essentielle de menthe et l'eau. Afin de faciliter leur séparation, on ajoute une solution aqueuse saturée de chlorure de sodium dans le distillat recueilli. On place ensuite le contenu de l'erenmeyer dans une ampoule à décanter. On verse du dichlorométhane dans l'ampoule puis après agitation et décantation, on recueille la phase organique. On ajoute du sulfate de magnésium anhydre à la phase organique et, après filtration, on procède à l'évaporation du solvant à l'aide d'un évaporateur rotatif afin d'isoler l'huile essentielle de menthe.

a) À l'aide du tableau des données, justifier l'ajout de chlorure de sodium dans le distillat. Comment s'appelle cette opération ?

b) Citer deux raisons qui justifient le choix du dichlorométhane comme solvant extracteur.

c) Faire un schéma de l'ampoule à décanter en indiquant la position des phases aqueuse et organique obtenues.

d) Quel est le rôle du sulfate de magnésium anhydre ?

II. Deuxième partie : chromatographie des colorants contenus dans un sirop de menthe

Données :

	E102	E131
Solubilité dans une solution de chlorure de sodium	faible	importante

Sur l'étiquette d'une bouteille de sirop de menthe, on peut lire les indications suivantes : sucre, eau, sirop de glucose-fructose, arôme naturel de menthe, colorants (E102 - E131).

On ne peut pas réaliser directement la chromatographie du sirop de menthe à cause de la présence des sucres. On procède alors en deux étapes :

- Étape 1 : extraction des colorants

Des brins de laine écrue (c'est-à-dire non teintée) sont trempés dans une solution d'ammoniac pendant quelques minutes puis ils sont rincés et séchés. Ils sont ensuite placés dans un bécher contenant du sirop de menthe. Les colorants contenus dans le sirop se fixent, à chaud et en présence d'acide éthanoïque, sur les brins de laine. Après rinçage et essorage, les brins de laine teints en vert sont placés dans une solution d'ammoniac où ils se décolorent. La solution verte obtenue (solution S) est portée à ébullition afin de la concentrer par évaporation d'eau. Cette solution est ensuite analysée par chromatographie.

- Étape 2 : chromatographie

Sur un papier filtre, on réalise les trois dépôts suivants :

- colorant alimentaire E102 (tartrazine)
- colorant alimentaire E131 (bleu patenté V)
- solution S

L'éluant utilisé est une solution de chlorure de sodium de concentration égale à 20 g.L^{-1} .

Le chromatogramme obtenu est schématisé en annexe 2.

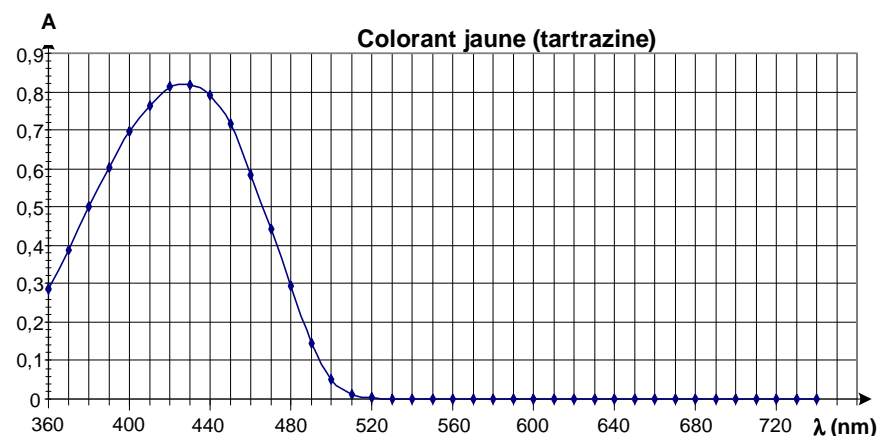
1. Une révélation du chromatogramme est-elle nécessaire ?
2. Le chromatogramme est-il en accord avec les indications portées sur la bouteille de sirop ?
3. Déterminer les valeurs des rapports frontaux R_{f1} de la tartrazine et R_{f2} du bleu patenté.
4. À partir des données, proposer une interprétation de la différence de ces rapports frontaux.

III. Troisième partie : détermination, par spectrophotométrie, des concentrations massiques des colorants du sirop de menthe

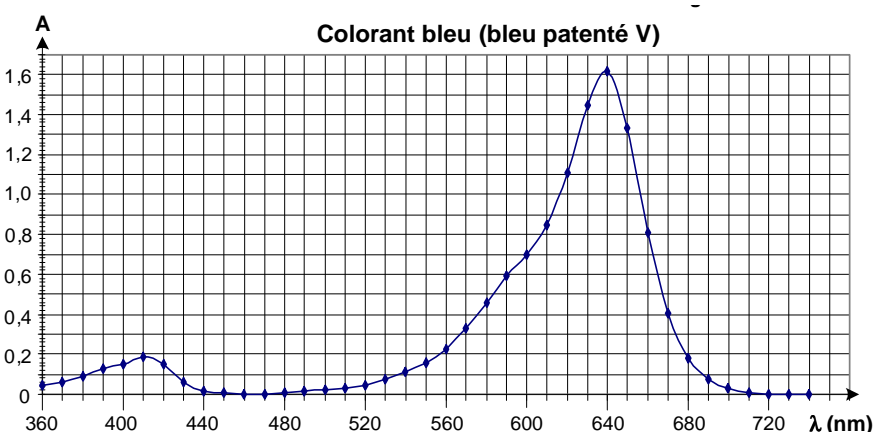
Solutions utilisées :

- sirop de menthe dilué 10 fois
- solution de tartrazine à $2,00 \times 10^{-2} \text{ g.L}^{-1}$ en soluté apporté
- solution de bleu patenté à $1,00 \times 10^{-2} \text{ g.L}^{-1}$ en soluté apporté

À l'aide d'un spectrophotomètre, on obtient les courbes donnant l'absorbance A en fonction de la longueur d'onde λ pour les trois solutions. Les courbes obtenues pour les colorants sont représentées sur les deux figures ci-contre et celle obtenue pour le sirop de menthe dilué est représentée en annexe 8.



On réalise ensuite une échelle de teintes à partir des solutions de colorants. On mesure l'absorbance de chaque solution à l'aide du spectrophotomètre en se plaçant à la longueur d'onde $\lambda_1 = 450 \text{ nm}$ pour la tartrazine et à la longueur d'onde $\lambda_2 = 640 \text{ nm}$ pour le bleu patenté. On obtient les graphiques en annexe 4.



1. Pourquoi choisit-on de se placer à la longueur d'onde $\lambda_1 = 450 \text{ nm}$ plutôt que 420 nm pour réaliser le dosage par étalonnage de la tartrazine dans le mélange ?
2. Les courbes obtenues sur les graphiques en annexe 4 sont-elles conformes à la loi de Beer Lambert ?

3. À partir des figures en annexes 3 et 4, déterminer graphiquement :

a) Les absorbances A_1 et A_2 des colorants jaune et bleu dans le sirop dilué.

b) Les concentrations massiques t_1 et t_2 en colorants jaune et bleu dans le sirop dilué (on fera clairement apparaître les constructions sur les figures).

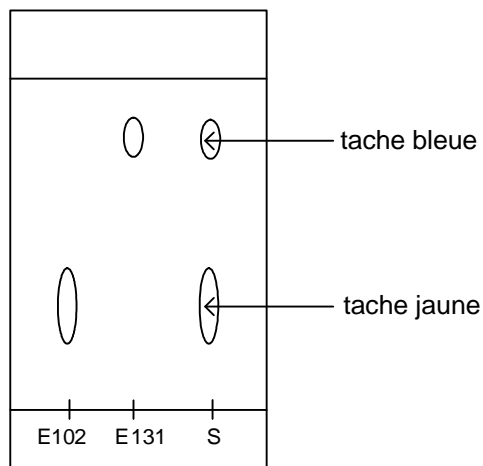
4. En déduire les concentrations massiques t_j en colorant tartrazine et t_b en colorant bleu patenté dans le sirop.

Annexe

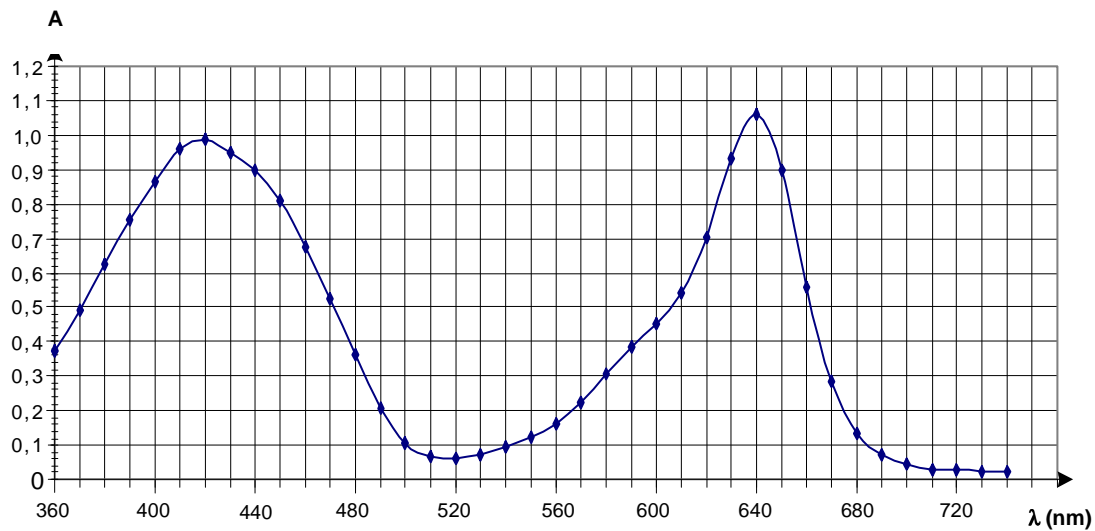
Annexe 1

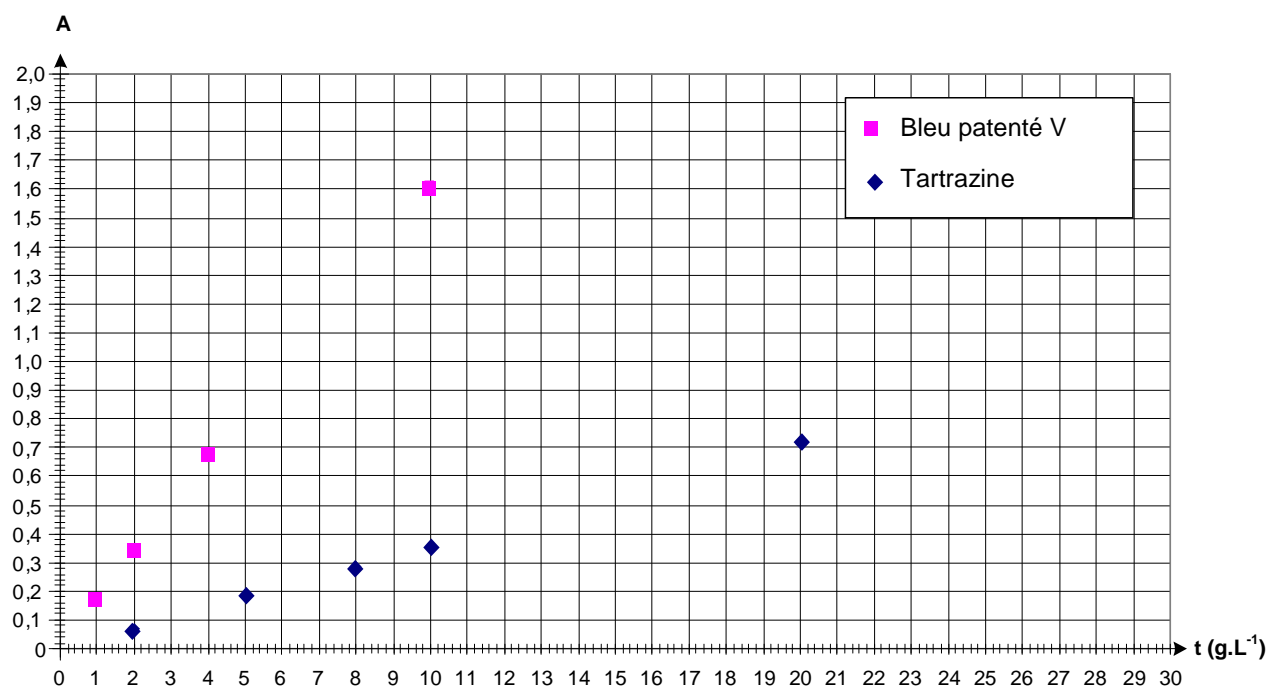
①	
②	
③	
④	
⑤	
❶	
❷	

Annexe 2



Annexe 3



Annexe 4

Annexe

I. Première partie : extraction de l'arôme naturel de menthe

1. a) *Quel est le nom du procédé d'extraction correspondant à ce montage ?*

Il s'agit d'une extraction par hydrodistillation.

b) *Légender le montage en complétant le tableau en annexe 1.*

Voir ci-contre.

c) *Quel est le rôle de la pierre ponce ?*

La pierre ponce régule l'ébullition.

d) *Préciser le rôle de l'élément n°4.*

Le réfrigérant permet de condenser les vapeurs.

①	Chauffe ballon électrique
②	Ballon à fond rond
③	Thermomètre
④	Réfrigérant droit
⑤	Erlenmeyer
❶	Sortie de l'eau
❷	Entrée de l'eau

2. a) *À l'aide du tableau des données, justifier l'ajout de chlorure de sodium dans le distillat. Comment s'appelle cette opération ?*

L'huile essentielle de menthe est moins soluble dans l'eau salée que dans l'eau. Cette opération est appelée relargage.

b) *Citer deux raisons qui justifient le choix du dichlorométhane comme solvant extracteur.*

- Le dichlorométhane est non miscible avec l'eau salée.

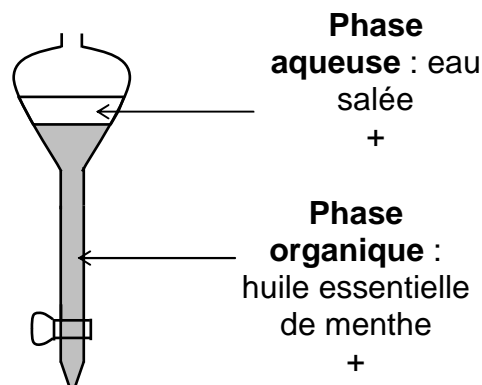
- L'huile essentielle de menthe est très soluble dans le dichlorométhane.

c) *Faire un schéma de l'ampoule à décanter en indiquant la position des phases aqueuse et organique obtenues.*

Voir ci-contre.

d) *Quel est le rôle du sulfate de magnésium anhydre ?*

Le sulfate de magnésium anhydre est utilisé pour enlever toute trace d'eau dans la phase organique.

II. Deuxième partie : chromatographie des colorants contenus dans un sirop de menthe

1. *Une révélation du chromatogramme est-elle nécessaire ?*

Les taches obtenues sont colorées donc une révélation du chromatogramme n'est pas nécessaire.

2. *Le chromatogramme est-il en accord avec les indications portées sur la bouteille de sirop ?*

Les taches jaune et bleue de la solution S sont à la même hauteur que les taches jaune et bleue des colorants E102 et E131. La solution S, et donc le sirop de menthe, contient les colorants E102 et E131... ce qui est en accord avec les indications de l'étiquette.

3. *Déterminer les valeurs des rapports frontaux R_{f1} de la tartrazine et R_{f2} du bleu patenté.*

Soit :

- H : la distance entre la ligne de dépôt et le front du solvant,

- h_1 : la distance parcourue par le colorant E102 (bas de la tache),

- h_2 : la distance parcourue par le colorant E131 (bas de la tache).

$$R_{f1} = \frac{h_1}{H} \quad \text{soit : } R_{f1} = \frac{9,0}{44} = 2,0 \times 10^{-1} \quad ; \quad R_{f2} = \frac{h_2}{H} \quad \text{soit : } R_{f2} = \frac{33}{44} = 7,5 \times 10^{-1}$$

4. *À partir des données, proposer une interprétation de la différence de ces rapports frontaux.*

Le rapport frontal du colorant E131 est plus élevé que celui du colorant E102 car ce dernier est moins soluble dans l'éluant (la solution de chlorure de sodium).

III. Troisième partie : détermination, par spectrophotométrie, des concentrations massiques des colorants du sirop de menthe

1. Pourquoi choisit-on de se placer à la longueur d'onde $\lambda_1 = 450$ nm plutôt que 420 nm pour réaliser le dosage par étalonnage de la tartrazine dans le mélange ?

Pour réaliser le dosage par étalonnage de la tartrazine dans le mélange, il faut se placer à une longueur d'onde λ qui soit proche du maximum d'absorbance pour le colorant jaune, et pour laquelle l'absorbance du colorant bleu soit nulle. La longueur d'onde $\lambda_1 = 450$ nm vérifie ces deux conditions contrairement à la longueur d'onde $\lambda = 420$ nm (absorbance du bleu patenté non nulle).

2. Les courbes obtenues sur les graphiques en annexe 4 sont-elles conformes à la loi de Beer Lambert ?

La loi de Beer-Lambert précise que l'absorbance d'une solution contenant une espèce colorée est proportionnelle à la concentration molaire (ou massique) de cette espèce. Le graphe représentant l'absorbance d'une solution en fonction de la concentration de l'espèce colorée doit donc être une droite passant par l'origine... ce qui est le cas.

3. À partir des figures en annexes 3 et 4, déterminer graphiquement :

a) Les absorbances A_1 et A_2 des colorants jaune et bleu dans le sirop dilué.

Sur le graphe en annexe 8, on lit :

- Pour $\lambda_1 = 450$ nm : $A_1 = 0,82$

- Pour $\lambda_2 = 640$ nm : $A_2 = 1,06$

b) Les concentrations massiques t_1 et t_2 en colorants jaune et bleu dans le sirop dilué (on fera clairement apparaître les constructions sur les figures).

Sur le graphe en annexe 9, on lit :

- Pour $A_1 = 0,82$: $t_1 = 23,0$ mg.L⁻¹

- Pour $A_2 = 1,06$: $t_2 = 6,5$ mg.L⁻¹

4. En déduire les concentrations massiques t_r en colorant tartrazine et t_b en colorant bleu patenté dans le sirop.

Le sirop de menthe ayant été dilué 10 fois, on a finalement :

$t_r = 10.t_1$ soit : $t_r = 10 \times 23,0 = 230$ mg.L⁻¹ et $t_b = 10.t_2$ soit : $t_b = 10 \times 6,5 = 65$ mg.L⁻¹