Métropole 09/2008 EXERCICE III. SIROP DE MENTHE (4 points)
Calculatrice interdite

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.

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

Les parties 1 et 2 sont indépendantes.

1. Extraction de l'arôme naturel de menthe

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.

On donne quelques caractéristiques physiques :

	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*

1.1. Pour extraire l'arôme naturel de menthe au laboratoire, on utilise le montage schématisé ci-dessous (figure 7).

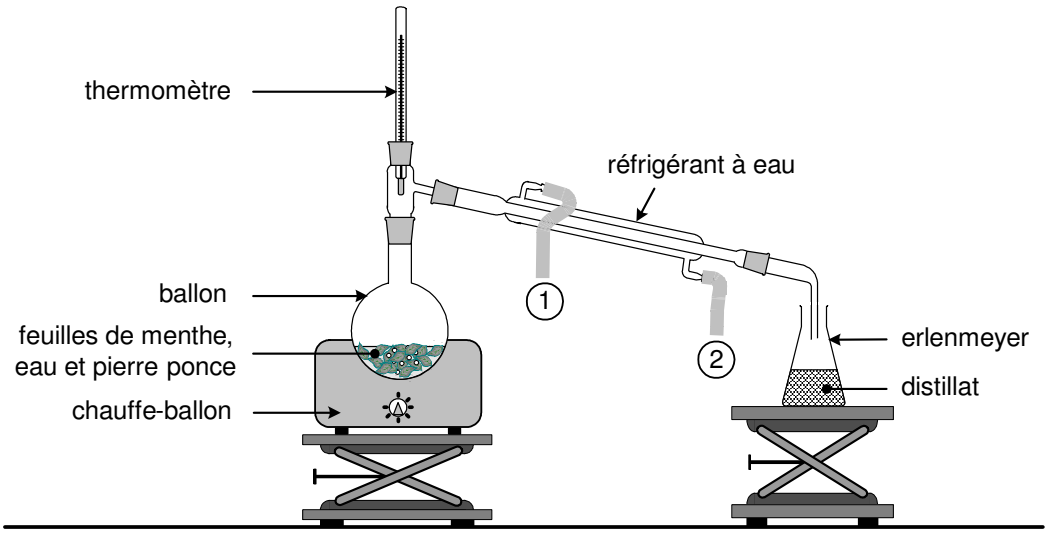


Figure 7

1.1.1. Quel est le nom du procédé d'extraction correspondant à ce montage ?

1.1.2. Sur la figure 7, la légende (1) correspond-elle à l'entrée ou à la sortie de l'eau ? Préciser le rôle du réfrigérant.

1.2. 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'erlenmeyer 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 afin de la sécher. Après filtration, on procède à l'évaporation du solvant à l'aide d'un évaporateur rotatif afin d'isoler l'huile essentielle de menthe.

1.2.1. À l'aide du tableau des caractéristiques physiques, justifier l'ajout de chlorure de sodium dans le distillat.
1.2.2. Citer deux raisons qui justifient le choix du dichlorométhane comme solvant extracteur.
1.2.3. Faire un schéma de l'ampoule à décanter en indiquant la position des phases aqueuse et organique obtenues. Justifier.

2. Analyses qualitative et quantitative des colorants contenus dans le sirop

2.1. Chromatographie des colorants
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 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 verte obtenue S
L'éluant utilisé est une solution de chlorure de sodium de concentration égale à 20 g.L^{-1}.
Le chromatogramme obtenu est schématisé ci-contre (figure 8).

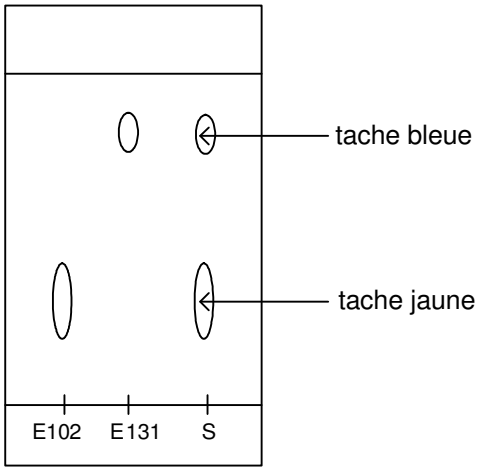


Figure 8

Données :

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

2.1.1. Une révélation du chromatogramme est-elle nécessaire ? Pourquoi ?
2.1.2. Le chromatogramme est-il en accord avec les indications portées sur la bouteille de sirop ? Justifier la réponse.
2.1.3. À partir des données, proposer une interprétation de la disposition relative des taches sur le chromatogramme.

2.2. Détermination de la concentration de chaque colorant dans le sirop par spectrophotométrie

Pour déterminer la concentration en colorant jaune et en colorant bleu dans le sirop, on réalise les expériences suivantes à partir du sirop de menthe dilué dix fois, d'une solution de tartrazine à $2{,}00 \times 10^{-2}$ *g.L*$^{-1}$ *et d'une solution de bleu patenté V à* $1{,}00 \times 10^{-2}$ *g.L*$^{-1}$ *.*

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 la figure 9 ci-dessous et celle obtenue pour le sirop de menthe dilué est représentée sur* ***la figure 10 DE L'ANNEXE.***

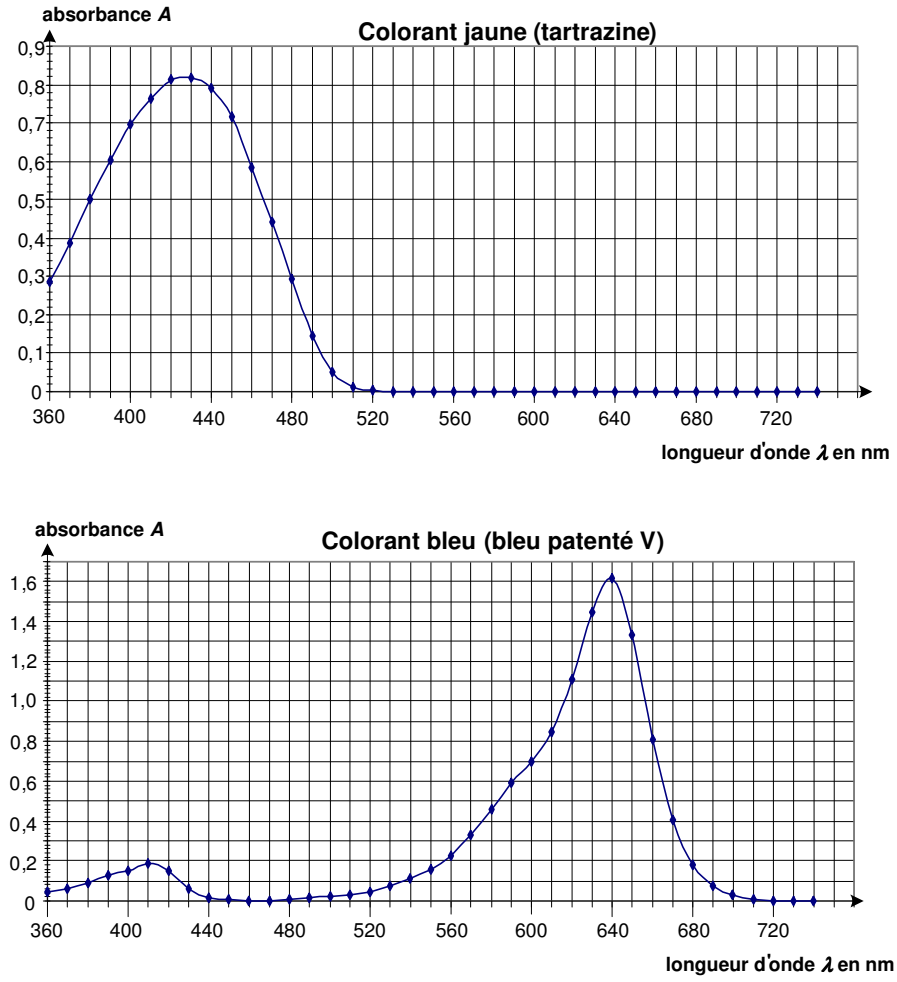


Figure 9

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 λ_1 *= 450 nm pour la tartrazine et à la longueur d'onde* λ_2 *= 640 nm pour le bleu patenté V.*
*On obtient (****figure 11 DE L'ANNEXE****) les graphiques A = f(c) pour chaque colorant alimentaire, c étant exprimée en mg.L*$^{-1}$

2.2.1. Pourquoi choisit-on de se placer à la longueur d'onde λ = 450 nm plutôt que 420 nm pour réaliser le dosage par étalonnage de la tartrazine dans le mélange?
2.2.2. À partir des figures 10 et 11, déterminer graphiquement la concentration massique en colorants jaune et bleu dans le sirop dilué. On fera apparaître clairement les constructions sur les **figures 10 et 11 DE L'ANNEXE.**
2.2.3. En déduire les concentrations massiques en colorant tartrazine c_{mT} et en colorant bleu patenté c_{mB} dans le sirop.

ANNEXE À RENDRE AGRAFÉE AVEC LA COPIE

ANNEXE EXERCICE III

Question 2.2.2.

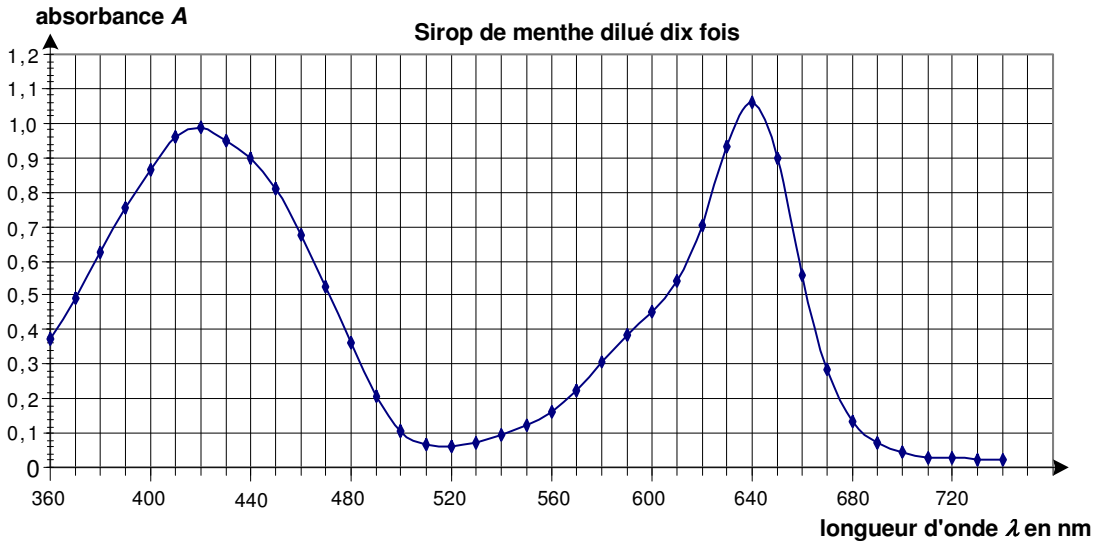


Figure 10

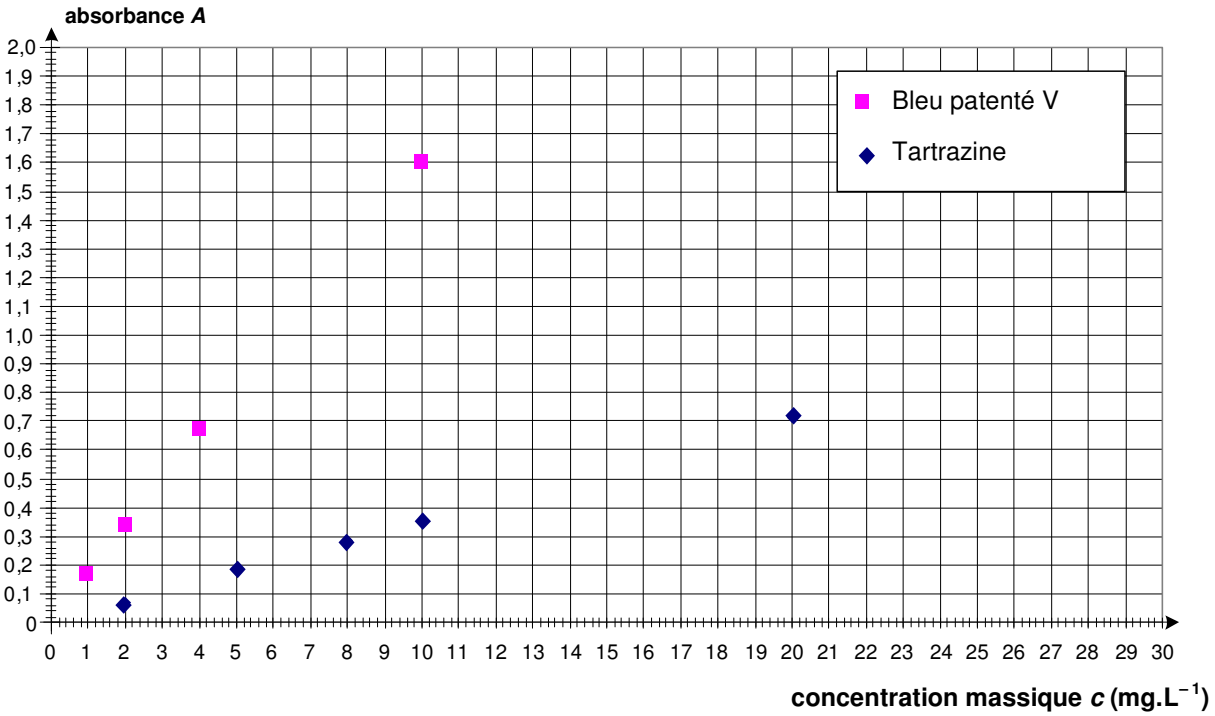


Figure 11