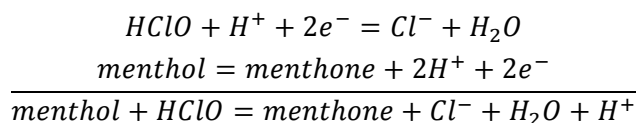


TP N°6 : OXYDATION DU MENTHOL EN MENTHONE PAR L'EAU DE JAVEL : CORRECTION

III. Questions

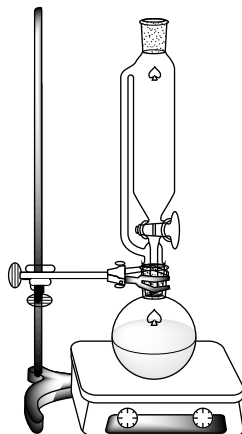
1. Demi-équations électroniques et équation-bilan :



2. On veut introduire 0,0125 mol de menthol :

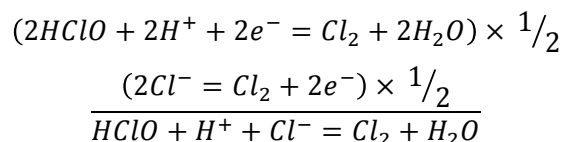
$$m_{\text{menthol}} = n_{\text{menthol}} \times M_{\text{menthol}} = 0,0125 \times 156,3 = 1,95 \text{ mol}$$

3. Montage :



4. **Remarque : Les calculs sont effectués pour le groupe 2, pour lequel le berlingot d'eau de Javel était à 18°chl, et la quantité introduite est 20 mL.**

1 L de cette eau de Javel placée en milieu acide forme 18 L de dichlore. Ecrivons l'équation de formation de dichlore. Les couples considérés sont : HClO/Cl_2 et Cl_2/Cl^-



Pour n moles de HClO introduites, il y a n moles de dichlore produit. Dans un litre d'eau de Javel, il y a donc :

$$n = \frac{PV_{\text{Cl}_2}}{RT} = \frac{10^5 \times 18 \cdot 10^{-3}}{8,314 \times 293} = 0,739 \text{ mol}$$

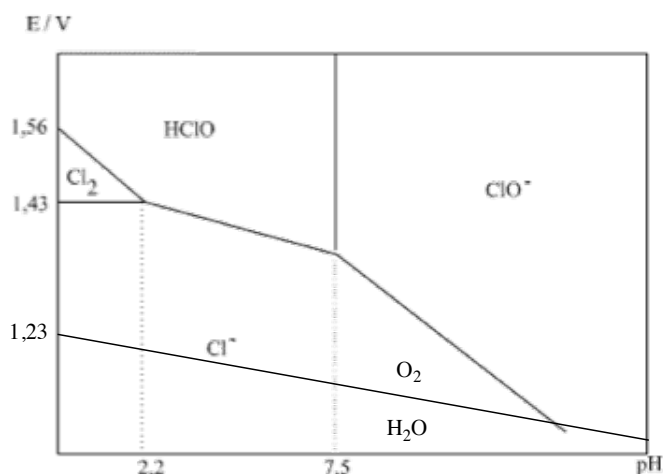
La quantité d'eau de Javel introduite (pour 20 mL) est donc :

$$n_{\text{introduite}} = 0,739 \times 20 \cdot 10^{-3} = 0,0148 \text{ mol}$$

Le menthol est donc en défaut.

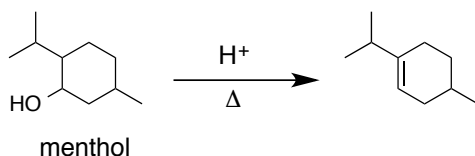
Remarque : Explication pour le groupe 1 pour lequel la réaction a très mal fonctionné : Le berlingot d'eau de Javel utilisé posait 2 problèmes : Il s'agissait d'eau de Javel "anti-éclaboussures", contenant donc un gélifiant, ce qui a gêné la mise en solution de l'eau de Javel lors de l'ajout dans le ballon. De plus, il ne contenant qu'une eau de Javel à 9°chl, la quantité de matière introduite était seulement de 3,7 mmol, le menthol était donc en excès ! Normal que les CCM montrent quasiment seulement la présence de menthol en fin de réaction.

5. En superposant les diagrammes E-pH du chlore et de l'eau, on observe que les ions hypochlorite ClO^- et l'eau H_2O ont des domaines de stabilité disjointes :

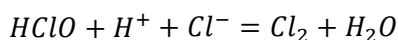


Il y a donc réaction entre ClO^- et l'eau, donc selon la date du conditionnement, la teneur réelle de la solution en ions hypochlorite est plus faible que celle indiquée sur l'étiquette. Cette réaction est cependant lente.

6. Si l'on chauffe, on a un alcool (le menthol) en présence d'acide : on risque d'effectuer une déshydratation de l'alcool et de former un alcène :



7. Si trop d'eau de Javel est ajoutée, elle ne réagit pas directement : on obtient une solution d'eau de Javel en milieu acide, ce qui va provoquer la rétro-dismutation de l'eau de Javel en dichlore :

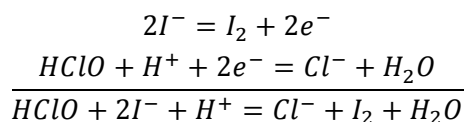


8. La réaction est exothermique, il y a alors risque que la solution soit à ébullition : un réfrigérant serait nécessaire pour reliquéfier les vapeurs émises. Un ballon bicol doit alors être utilisé (cf montage ci-contre).

Nous n'avons pas utilisé cette version du montage car nous ne disposions que de trop grands bicols pour le faible volume de milieu réactionnel.

9. Le premier test au KI utilisé sert à vérifier que l'eau de Javel a été introduite en excès. En superposant les diagrammes E-pH du chlore et de l'iode, on constate que HClO et I^- ont des domaines de stabilité disjoints.

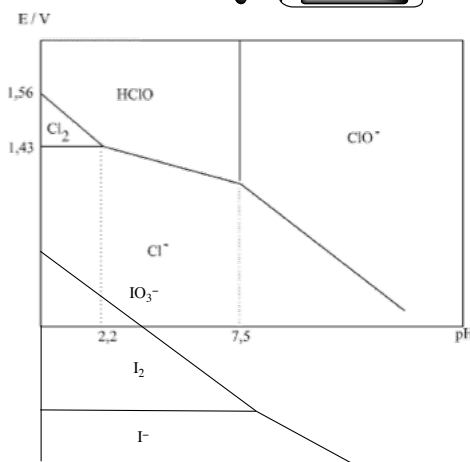
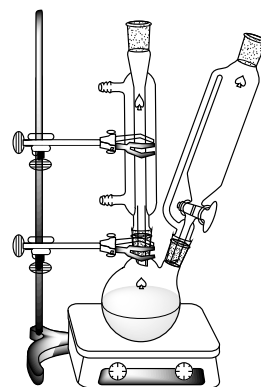
Il se produit donc la réaction suivante :

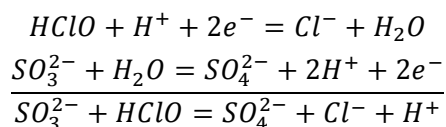


Il y a formation de diiode, c'est pourquoi la bandelette de papier prend une couleur jaune ou brune.

Le deuxième test au KI sert à vérifier que le reste d'eau de Javel a bien été détruite.

10. La spatule de sulfite de sodium après le premier test au KI sert à détruire l'excès d'eau de Javel :

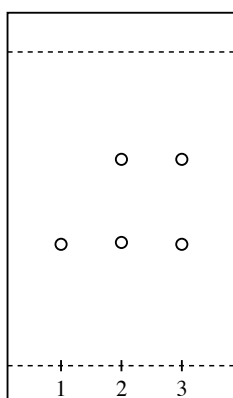




11. Il faut tout d'abord extraire le peu de menthone dissoute dans la phase aqueuse à l'aide d'éther diéthylique. On récupère la phase organique. On effectue plusieurs lavages basiques à l'aide d'une solution de soude pour éliminer les traces acides présentes en phase organique. Après chaque lavage, on vérifie le pH de la phase aqueuse et on s'arrête quand elle est basique. On sèche ensuite la phase organique dans un erlenmeyer à l'aide de sulfate de magnésium anhydre. Enfin, on filtre la solution sur un filtre plissé placé dans un entonnoir sec, et on récupère la solution dans un ballon sec. Le solvant est enfin évaporé à l'aide d'un évaporateur rotatif.
12. Dans le cas d'un lavage, le produit d'intérêt est en phase organique, on lave la phase organique avec une phase aqueuse pour lui enlever ses impuretés. Le produit n'a pas changé de phase.
Dans le cas d'une extraction, le produit est en phase aqueuse, on l'extrait avec une phase organique pour récupérer le produit. Le produit a changé de phase.
13. Le menthol est le réactif limitant, on attend donc $m_{menthone,th} = n_{max}M_{menthone} = 0,0125 \times 154,3 = 1,93 \text{ g}$ de menthone.

$$\mathcal{R} = \frac{m_{menthone,exp}}{m_{menthone,th}}$$

14. Chromatographie sur couche mince :



- 1 : menthol (réactif initial)
2 : produit brut obtenu
3 : co-dépôt (= 1 + 2)

On observe 2 taches dans le produit, dont l'une correspond au menthol de départ, et l'autre au produit formé, certainement la menthone. Le produit obtenu est donc impur, la réaction n'a pas été totale.

Le menthol peut établir des liaisons H avec la silice, donc il va être plus retenu sur le support et moins migrer avec l'éluant, tandis que la menthone, qui ne peut pas établir de liaisons H va être entraînée par l'éluant, c'est pourquoi son rapport frontal (0,66) est supérieur à celui du menthol (0,39).

15. La CCM montre que le produit brut est impur. Ce résultat est confirmé par la mesure de l'indice de réfraction qui est différent de celui de la menthone (1,442).
16. La menthone est un liquide, on pourrait la purifier par distillation fractionnée sous pression réduite (car sa température d'ébullition est élevée), ou par chromatographie sur colonne.
- 17.

Spectre	Bandes caractéristiques	Composé
A	environ 3000 cm^{-1} : vibration d'élongation C-H environ 1710 cm^{-1} : vibration d'élongation C=O environ 1500 cm^{-1} : vibration de déformation C-H	menthone
B	environ 3300 cm^{-1} (large) : vibration d'élongation O-H environ 3000 cm^{-1} : vibration d'élongation C-H environ 1500 cm^{-1} : vibration de déformation C-H	menthol

Dans le spectre IR de la menthone, on observe un très léger pic vers 3300 cm^{-1} , indiquant une très faible proportion de menthol dans la menthone synthétisée.