

Chapitre n°6

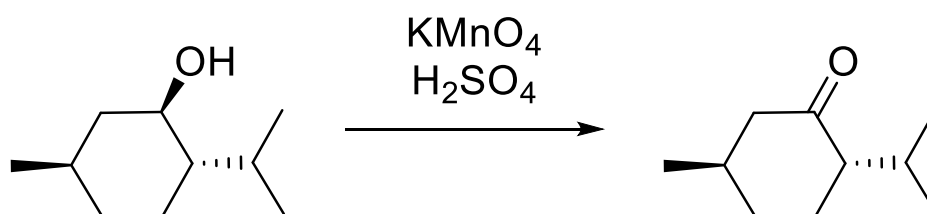
Synthèses organiques

Fiche liée à cette séquence :

► Fiche de synthèse Chapitre n°6

Activité 4 : Synthèse de la menthone

La menthone est un constituant des huiles essentielles de diverses espèces de menthe. Son odeur et sa saveur fraîche sont analogues à celle de la menthe. La menthone sera préparée par oxydation du L-menthol avec du permanganate de potassium en présence d'acide sulfurique.



DOCUMENT 1 : Protocole pour la synthèse de la menthone

Dans un ballon tricol de 250 mL muni d'un réfrigérant et d'une ampoule de coulée et d'un thermomètre, introduire en agitant :

- 0,4 g de menthol ;
- 30 mL de H_2SO_4 à 3 mol/L ;

Porter la température du mélange à 60°C puis en coupant le chauffage sans baisser la plaque chauffante, ajouter goutte à goutte par l'ampoule de coulée 100 mL de solution de permanganate de potassium à 4 g.L⁻¹.

Attention : Le mélange de permanganate de potassium et d'acide sulfurique concentré produit du Mn_2O_7 qui peut être à l'origine d'une explosion.

L'agitation est maintenue pendant 30 minutes avec une température qui reste supérieure à 30°C. Le ballon est alors refroidi à T_{amb} avant de rajouter 25 mL de cyclohexane. Le mélange est ensuite transvasé dans une ampoule à décanter.

La phase organique est lavée avec une solution saturée de NaHCO_3 (attention dégagement gazeux) puis à l'eau jusqu'à pH neutre, séchée sur MgSO_4 . La phase organique est placée dans un ballon préalablement taré et le solvant est ensuite éliminé à l'aide d'un évaporateur rotatif.

Peser la quantité du produit brut obtenu et l'analyser.

DOCUMENT 2 : Données physico-chimiques des composés

Espèce chimique	DANGER	Masse molaire (g.mol ⁻¹)	Densité	T _{fus} (°C)	T _{eb} (°C)	Indice de réfraction	Solubilité
Menthol	H315- Provoque une irritation cutanée	156,3	0,90	35	212		Légèrement soluble dans l'eau
Menthone	H315- Provoque une irritation cutanée H317- Peut provoquer une allergie cutanée.	154,3	0,89	-6	207		Légèrement soluble dans l'eau, l'éthanol, l'éther, l'acétone
Solution de Permanganate de potassium	H272- Peut aggraver un incendie H302- Nocif en cas d'ingestion H314- Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves H410- Très toxique pour les organismes aquatiques.	158,0	1,0				
Cyclohexane	H225- Liquide et vapeurs extrêmement inflammables H304- Peut être mortel en cas d'ingestion et de pénétration dans les voies respiratoires H335- Peut irriter les voies respiratoires H410- Très toxique pour les organismes aquatiques.	84,2	0,77	6	80		insoluble dans l'eau
Acide Sulfurique	H314- Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves H335- Peut irriter les voies respiratoires	98,1					Très soluble dans l'eau

DOCUMENT 3 : Analyses

On peut analyser le produit brut obtenu à l'aide de deux méthodes :

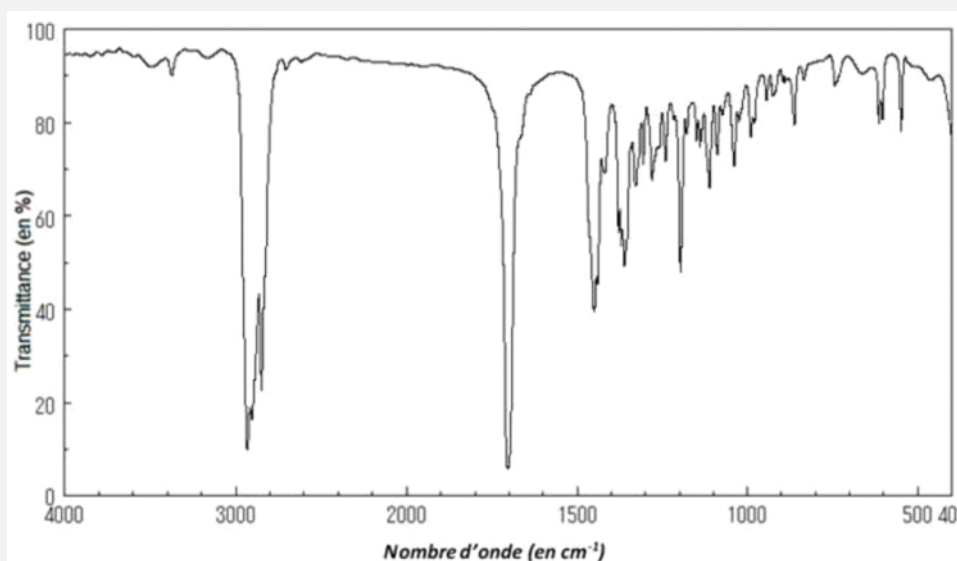
- Chromatographie sur couche mince avec révélateur (KMnO₄)

Sur une plaque de silice déposer le produit brut dissout dans un peu de cyclohexane ainsi qu'une ou plusieurs références de votre choix. Placer la plaque dans une cuve contenant 10,0 mL d'un mélange d'éluant (7 : 3 Cyclohexane, acétate d'éthyle). Laisser éluer jusqu'à 1 cm du haut de la plaque.

Sortir la plaque de la cuve et la tremper légèrement dans une solution de permanganate de potassium, égoutter sur une feuille de papier et chauffer à l'aide du souffle chaud d'un sèche-cheveux pour révéler.

- Spectroscopie Infrarouge (IR)

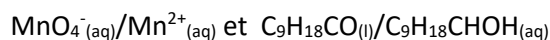
On donne le spectre du produit brut obtenu ci-dessous



Sources : AIST spectral data base

Liaisons	Nombre d'onde	Intensité
O-H alcool Libre	3500 - 3700	Forte, fine
O-H alcool Liée	3200 - 3400	Forte, large
O-H Acide carboxylique	2500 - 3200	Forte à moyenne, large
C-H	2800 - 3000	Forte
C=O Aldéhyde, Cétone	1650 - 1730	Forte
C=O Acide carboxylique	1680 - 1710	Forte
C=C alcène	1640 - 1680	Moyenne

1. Ecrire l'équation d'oxydoréduction faisant intervenir les couples suivants :



2. Expliquer le rôle du lavage avec la solution d'hydrogénocarbonate de sodium.
3. A quoi sert le séchage au sulfate de magnésium anhydre ?
4. Calculer la masse théorique de menthone que l'on peut obtenir.
5. Analyser la CCM réalisée et le spectre infrarouge fourni.
6. Déterminer le rendement en produit brut de la synthèse.