

## TP : ETUDE D'UN PRODUIT DE SOIN POUR LE SPORT : une lotion énergisante



La lotion ou l'huile du sportif « friction de Foucauld® » sont des produits utilisés couramment dans le cadre de la pratique d'une activité sportive.

Le fabricant indique :

### Utilisations :

- avant le sport pour stimuler et chauffer les muscles.
- combattre les désagréments dus à la chaleur et l'humidité / anti-bourbouille
- comme déodorant, réelle protection grâce à ses huiles essentielles + sensation de fraîcheur durable.
- en massage après l'effort pour une meilleure récupération.

### Ingrédients actifs

- Huiles essentielles (thym, lavande, romarin, orange douce et amère du Brésil, citron d'Italie)
- Extraits Naturels de menthol et camphre (effet « froid » / « chaud »)

### Objectifs :

Il s'agit de réaliser quelques expériences permettant de vérifier les informations données par le fabricant concernant les ingrédients actifs.

### 1/ EXTRACTION DE L'HUILE ESSENTIELLE DE MENTHE POIVREE

L'huile essentielle de menthe poivrée est un liquide très fluide, incolore à jaune pâle, possédant une odeur forte, caractéristique et très rafraîchissante.

Elle est constituée de nombreux composés organiques dont : la menthone, le menthol, le limonène, le menthofurane, l'acétate de menthyle ....



L'extraction de l'huile essentielle est effectuée par entraînement à la vapeur ou hydrodistillation dont le principe général est : La matière de base (feuilles, fleurs ou écorces) est hachée et mélangée avec de l'eau. Le mélange est chauffé et la vapeur d'eau entraîne des constituants volatils.

Les vapeurs sont ensuite ramenées à l'état liquide afin de récupérer des matières premières du produit naturel dans une huile appelée **huile essentielle**.

Les huiles essentielles sont commercialisées telles que ou selon les besoins elles peuvent subir une distillation fractionnée de façon à séparer les différents constituants.

### 1. Hydrodistillation :

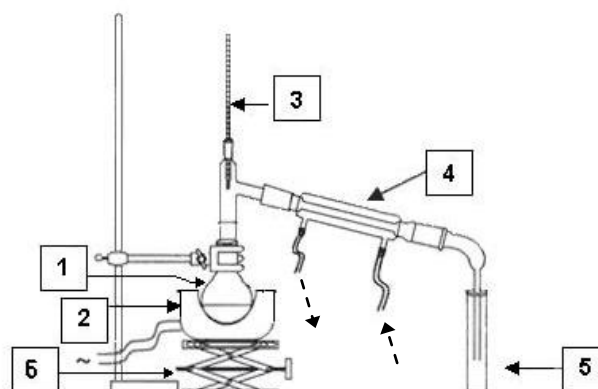
- Dans un mortier, on introduit 3,0 g de feuilles de menthe poivrée séchées et émiettées. On ajoute un peu d'eau distillée. On écrase les feuilles.

- On transvase ce mélange dans un ballon de 250 mL, en rinçant avec environ 150 mL d'eau distillée. On ajoute quelques grains de pierre ponce.

- On réalise le montage d'hydrodistillation représenté ci-contre et on porte à ébullition le mélange contenu dans le ballon.

- On laisse se poursuivre la distillation jusqu'à obtenir environ 20 mL de distillat. Le distillat est trouble car il s'agit d'une émulsion : la phase aqueuse et la phase huileuse (contenant l'huile de menthe poivrée) sont non miscibles.

- On ajoute au distillat environ 1g de chlorure de sodium que l'on dissout par agitation.



**\*Surveiller l'ébullition avec attention !!!!**

## 2. Extraction par un solvant :

On verse le distillat dans une ampoule à décanter et on introduit 2mL d'éther éthylique ( on pourrait utiliser également du cyclohexane ou du dichlorométhane)

Après agitation, dégazage et décantation, on récupère la phase organique dans un petit erlenmeyer bouché.

Données :

	Huile essentielle	dichlorométhane	cyclohexane	éter	eau	eau salée
densité	0,90	1,34	0,78	0,70	1,00	1,1
solubilité de l'huile essentielle MP		très soluble	très soluble	très soluble	peu soluble	très peu soluble

## II/ IDENTIFICATION PAR CCM DES COMPOSES CONTENUS DANS L'HUILE ESSENTIELLE DE MENTHE POIVREE :

### chromatographie sur couche mince

On veut montrer par CCM que la lotion étudiée a bien des constituants communs avec l'huile essentielle de menthe poivrée obtenue par hydrodistillation et en particulier le menthol.

De plus la lotion étudiée contient d'autres huiles essentielles en particulier de la lavande, elle contient donc également : de l'acétate de linalyle et du linalol. Les huiles essentielles d'agrumes apportent également du limonène et du citral.

On a à disposition :

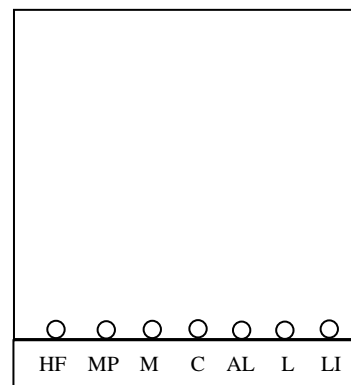
- 5 produits de référence préparés au laboratoire:
  - menthol **M**
  - Citral **C**
  - acétate de linalyle **AL**
  - linalol **L**
  - limonène **LI**
- la lotion étudiée :  
Dans un tube à essai placer environ 10mL de lotion et 2mL de cyclohexane ou d'éther et agiter. Les huiles essentielles passent dans la phase organique, cette opération à pour objectif d'obtenir un milieu plus concentré en huiles essentielles. On le notera **HF** .
- l'huile essentielle obtenue par hydrodistillation : **MP**

Sur une plaque de silice, on effectue les dépôts :

- HF (entre 10 et 20 spots)
- MP ( 2 ou 3 spots)
- Les références ( 1 ou 2 spots)

*attention :*

*on sèche entre les dépôts et bien entendu on sèche bien la plaque avant de la placer dans la chambre d'élution.*



Faire éluer.

Révélation : par pulvérisation de vanilline sulfurique (préparation prête à disposition sous hotte) puis sur plaque chauffante, sous la hotte avec des gants et des lunettes

## FICHE PROFESSEUR :

---

- 1- les produits de référence ont été préparés en les diluant dans de l'éther.
  - 2- L'éluant est le suivant : cyclohexane/ether: 50/50 en volumes.
  - 3- On peut remplacer l'éther par le cyclohexane durant le TP, les résultats sont identiques. Il est même préférable d'utiliser le cyclohexane pour la conservation des préparations si le TP est découpé en plusieurs séances.
  - 4- la révélation UV ne donne pas grand chose voir rien du tout ... trop peu de molécules et une seule  $\lambda$  UV (254nm) pour les lampes classiques ... donc révélation à la vanilline sulfurique\* :
- \*préparation : on dissout 1 g de vanilline dans 100 mL d'éthanol à 95° puis on ajoute lentement et en contrôlant la température par un bain de glace 2 mL d'acide sulfurique concentré.
- 5- La révélation se fait après pulvérisation en plaçant la plaque sur une plaque chauffante (très rapide) ou à l'étuve à 105°C (mais là c'est très long !)
  - 6- il n'est pas nécessaire de placer sur la plaque tous les produits de référence, on peut les répartir parmi les binômes de la classe.
  - 7- durée de l'élution : pour une plaque de hauteur totale 10cm : 15 minutes.
  - 8- les couleurs des taches sont : roses, bleues et vertes, les couleurs varient selon le chauffage alors bien qu'elles soient notées dans les chromatogrammes qui suivent ... ne pas en tenir compte.
  - 9- la même manipulation peut être menée à bien avec une extraction de l'huile essentielle de lavande.

10- Découpage selon la durée des séances :

→ si la séance de TP dure 2h : la manipulation peut être menée à bien entièrement

→ si la séance de TP dure 1h30 :

séance n°1 : hydrodistillation + extraction par un solvant

séance n°2 : (activité chromatographique) + réalisation de la CCM

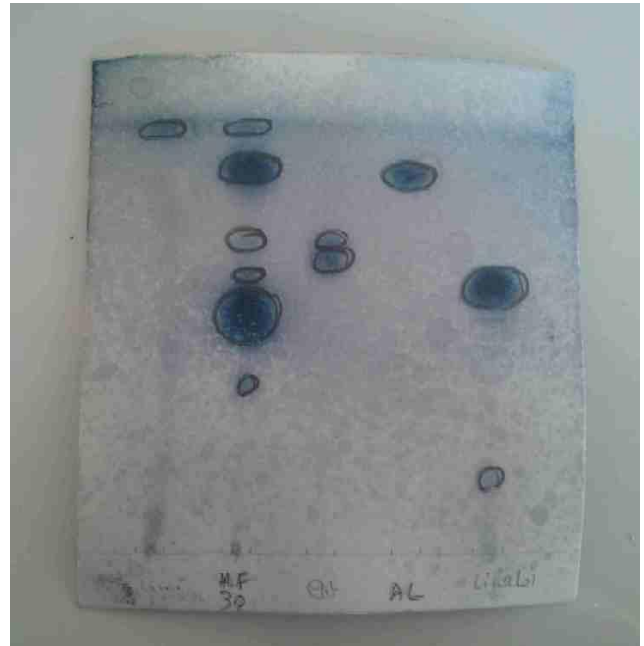
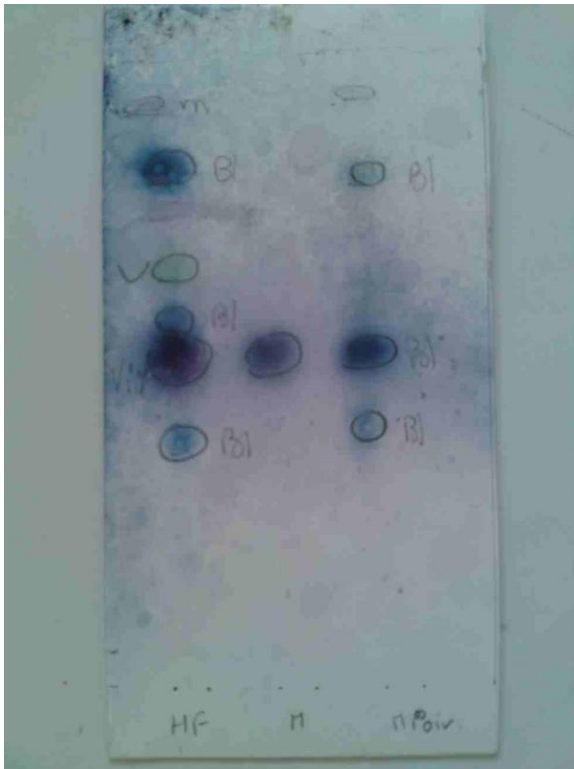
→ si la séance de TP dure 1h00 :

séance n°1 : hydrodistillation

séance n°2 : extraction par un solvant

séance n°3 : CCM

Chromatos obtenues :  
Le citral et le linalol utilisés n'étaient pas purs ...



Interprétation plausible ... voir la dernière page :

→ on observe des constituants communs entre l'huile essentielle de menthe poivrée et la lotion friction de Foucaud (et en particulier le menthol qui produit la sensation de froid lors de la friction)

→ la présence de limonène, linalol, acétate de linalyle, menthol et citral dans la lotion est vérifiée.

