

Extraction de la vanilline

Cet exercice s'intéresse à l'analyse de la molécule responsable du goût vanille du sucre vanillé et à la mesure de sa quantité dans un sachet.



1. Vérification des données du sachet

Deux molécules sont couramment utilisées dans l'industrie agroalimentaire pour créer un goût vanille : la vanilline et l'éthylvanilline (Fig. 1).

La première est responsable majoritairement du goût de gousses de vanille ; la seconde est une molécule de synthèse n'ayant pas d'équivalent dans la nature.

Nous allons vérifier dans un premier temps l'indication selon laquelle le sucre vanillé est à l'extrait naturel de vanille.

Protocole

Préparation de l'échantillon E_1 : introduire dans une ampoule à décanter 40 mL d'eau. Ajouter un sachet de sucre vanillé. Agiter jusqu'à dissolution du sucre. Ajouter 10 mL d'éthanoate d'éthyle, agiter et séparer les deux phases. Conserver la phase organique (phase supérieure) dans un pilulier étiqueté.

Préparation de l'échantillon E_2 : introduire un peu de vanilline dans un pilulier et ajouter 2 mL d'éthanoate d'éthyle.

Préparation de l'échantillon E_3 : procéder comme pour l'échantillon E_2 , avec de l'éthylvanilline.

Analyse CCM : déposer une goutte de chacune des solutions sur une plaque fluorescente de CCM et éluer cette dernière avec un mélange cyclohexane/éthanoate d'éthyle. Laisser évaporer l'éluant et révéler sous UV.

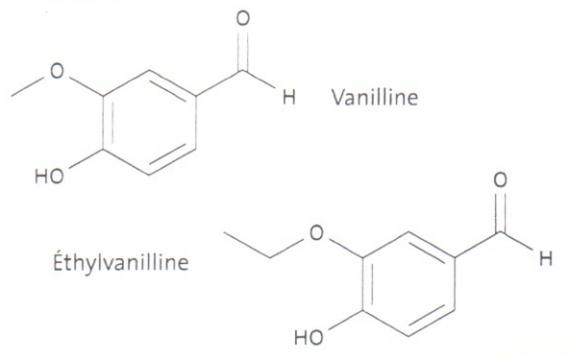
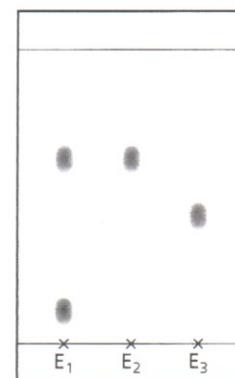


Fig. 1 Deux molécules de l'industrie agroalimentaire.

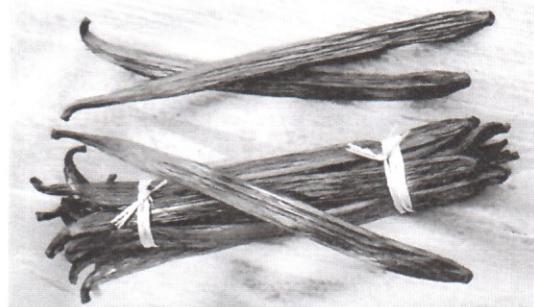
- Quel est l'intérêt de la séparation liquide-liquide effectuée lors de la préparation de l'échantillon E_1 ? Quelle molécule est ainsi éliminée ?
- La révélation de la CCM conduit au résultat ci-dessous. Proposer une interprétation.



2. Dosage par spectrophotométrie

Le spectre d'absorption de la vanilline, pour une longueur d'onde λ comprise entre 200 et 800 nm, ne présente qu'une unique absorption à 348 nm.

- La vanilline est-elle colorée et, dans l'affirmative, de quelle couleur est-elle ?
- Quelle loi, reliant l'absorbance à la concentration, permet de tracer une courbe d'étalonnage reliant linéairement l'absorbance d'une solution à sa concentration en vaniliné ?



Droite d'étalonnage

Dans une fiole jaugée de $V_0 = 1,000$ L, préparer une solution mère F_0 contenant $m = 100,0$ mg (soit $0,657\ 9$ mmol) de vanilline et $4,0$ g d'hydroxyde de sodium.

Préparer par ailleurs un litre d'une solution S_0 d'hydroxyde de sodium ($C_{\text{HO}^-} = 0,1$ mol.L $^{-1}$, soit 4 g d'hydroxyde de sodium par litre d'eau).

Dans une fiole jaugée de volume $V_1 = 100,0$ mL, introduire à la pipette jaugée $V_2 = 1,00$ mL de F_0 et ajouter S_0 jusqu'au trait de jauge. F_1 est cette solution fille.

Préparer de même les solutions F_2 à F_6 en diluant, dans des fioles de 100 mL, les volumes $V = 2,00 ; 3,00 ; 4,00 ; 5,00$ et $6,00$ mL de F_0 avec S_0 .

Mesurer l'absorbance A de ces différentes solutions à 348 nm et tracer la droite d'étalonnage $A = f(c)$.

c. Pourquoi choisir de mesurer l'absorbance de la solution pour une longueur d'onde de 348 nm ?

d. Donner l'expression de la concentration molaire c_1 en vanilline de la solution F_1 en fonction de m, V_0, V_1, V_2 et de la masse molaire M de la vanilline ($M = 152,2$ g.mol $^{-1}$).

Les incertitudes absolues sur les mesures effectuées sont les suivantes :

Matériel	Incertitude absolue sur la mesure
Fiole jaugée de $1,00$ L	$0,4$ mL
Fiole jaugée de 100 mL	$0,1$ mL
Pipette jaugée de $1,00$ mL	$0,007$ mL
Balance de précision	$0,1$ mg

L'incertitude relative sur c_1 est la somme des incertitudes relatives sur m, V_0, V_1 et V_2 :

$$\frac{\Delta c_1}{c_1} = \frac{\Delta V_0}{V_0} + \frac{\Delta V_1}{V_1} + \frac{\Delta V_2}{V_2} + \frac{\Delta m}{m}$$

e. En comparant les incertitudes relatives, préciser quelle est la principale source d'incertitude sur la concentration de la solution F_1 .

f. Déterminer, avec son incertitude, la valeur de c_1 .

g. À partir des résultats expérimentaux réunis dans le tableau ci-après, tracer la droite d'étalonnage et déterminer les caractéristiques spectroscopiques complètes de la vanilline.

h. Déduire du spectre d'absorption de la solution de sucre vanillé la quantité, ainsi que la masse, de vanilline dans un sachet de $7,5$ grammes.

Solution	c [mol.L $^{-1}$]	
F_1		$0,175$
F_2	$1,31 \cdot 10^{-5}$	$0,342$
F_3	$1,97 \cdot 10^{-5}$	$0,510$
F_4	$2,63 \cdot 10^{-5}$	$0,670$
F_5	$3,29 \cdot 10^{-5}$	$0,851$
F_6	$3,94 \cdot 10^{-5}$	$1,020$

Spectre d'absorption d'une solution de sucre vanillé

Introduire $1,000$ g de sucre vanillé dans une fiole de volume $V_5 = 500,0$ mL. Ajouter 200 mL de S_0 , agiter jusqu'à dissolution du sucre et compléter jusqu'au trait de jauge à l'aide de S_0 .

Le spectre UV-visible de la solution obtenue est :

