

Thème 4 – Chapitre 1 – Activité 1

EXTRACTION DE LA VANILLINE DE GOUSSE DE VANILLE

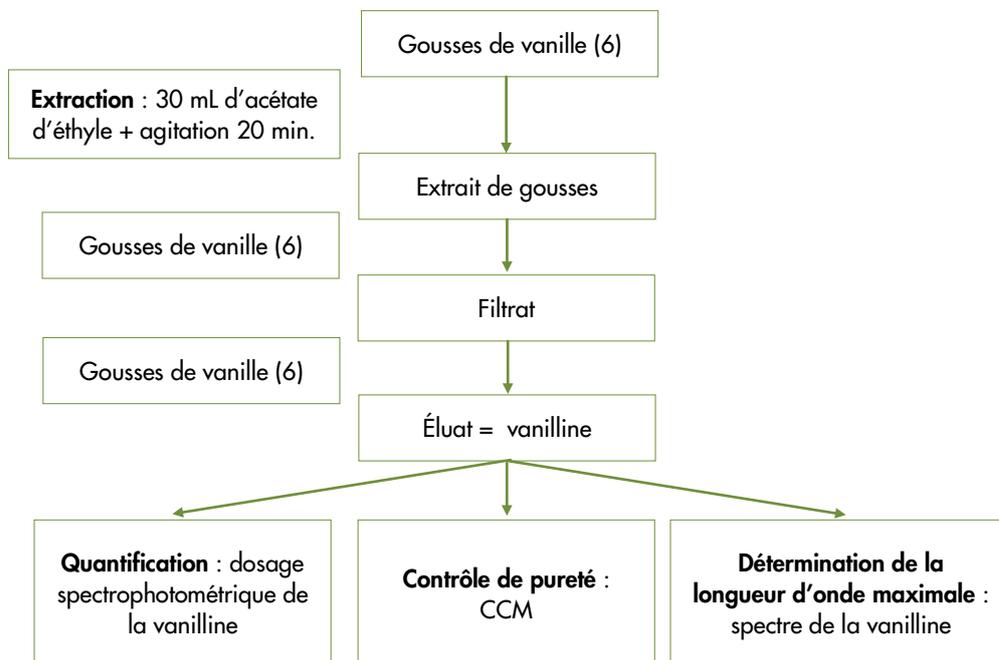
Éléments de réponse

RÉFLEXIONS PRÉLIMINAIRES

1. Quantité théorique de vanilline récupérée = $3 \times 2\% = 0,06$ g de vanilline récupérée par gousse de vanille.
2. La vanilline est une molécule de polarité moyenne d'après sa formule donnée dans la figure 1. Lors de son passage sur la poudre de Florisil (phase stationnaire hautement polaire), elle sera retenue par adsorption. Son élution se fera dans un second temps par un solvant polaire, l'acétate d'éthyle (phase mobile).
3. La vanilline est de polarité moyenne grâce à ses fonctions aldéhyde et alcool donc sera solubilisée dans l'acétate d'éthyle.
4. D'après les pictogrammes du cyclohexane donné dans le tableau de sécurité du document 3, sa manipulation nécessite l'utilisation d'une sorbonne en équipement de protection collectif, de gants de protection chimique, de lunettes et du port de la blouse en équipements de protection individuels.

ANALYSE DES RÉSULTATS

1.



- 2.1. L'extraction se fait par une solubilisation différentielle, dans l'acétate d'éthyle, de la vanilline.
- 2.2. L'acétate d'éthyle permet la désorption de la vanilline du Florisil.

2.3.

La vanilline est en premier adsorbée au Florisil (phase stationnaire) puis est éluée par l'acétate d'éthyle (phase mobile).

2.4.

La propriété utilisée est la polarité de la vanilline.

3.1.

Composé	Vanilline	Vanilline extraite	Éthyl vanilline	Sucre vanillé	Sucre vanilliné
Rf	0,62	0,62	0,74	0,62	0,74
Couleur	Orange	Orange	Jaune orangé	Orange	Jaune orangé

$$R_f = \frac{\text{Distance de migration du spot (mm)}}{\text{Distance de migration du front du solvant (mm)}}$$

3.2.

La vanilline extraite présente un seul spot de Rf et de couleur identiques au témoin vanilline. De ce fait, on peut affirmer que la molécule extraite est de la vanilline à l'état pur.

3.3.

Le sucre vanillé contient de l'arôme naturel de vanilline selon le Rf et la couleur du spot obtenu tandis que le sucre vanilliné contient de l'arôme artificiel d'éthyl vanilline.

4.1.

En traçant un spectre d'absorption de la vanilline, on détermine la longueur d'onde où l'absorption est maximale.

4.2.

La longueur d'onde maximale d'absorption retenue est à 340 nm (proche UV) car à cette longueur d'onde, l'absorbance est maximale.

4.3.

La vanilline absorbe dans l'UV grâce à ses électrons délocalisés du cycle aromatique.

5.1.

La loi est celle de Beer Lambert : $A = \epsilon l C$

A : absorbance sans unité

ϵ : coefficient d'extinction molaire en $L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$

l : longueur du trajet optique (cuve de mesure) en cm

C : concentration molaire de la substance absorbante dans le milieu de lecture en $mol \cdot L^{-1}$

Les limites de validité de cette loi sont :

- l'utilisation d'une lumière monochromatique ;
- la concentration de la substance absorbante faible (solution diluée) ;
- la solution analysée limpide.

5.2.

Solution fille	SF0	SF1	SF2	SF3	SF4	SF5
Volume de solution étalon de vanilline (mL)	0	1	2	3	4	5
Volume de soude (mL)	100	99	98	97	96	95
Concentration en vanilline ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	0	1	2	3	4	5

Justification :

- intervalle de la concentration en vanilline = Concentration en vanilline maximale/nombre de tubes au total = $5/5 = 1 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$;
- volume de solution étalon de vanilline à prélever :

$$V_{\text{solution étalon}} (\text{mL}) = (t_{\text{solution fille en vanilline}} (\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}) \times V_{\text{solution fille en vanilline}} (\text{mL})) / t_{\text{solution étalon en vanilline}} (\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}).$$

Exemple pour SF1 : $V_{\text{solution étalon}} = (1 \times 100) / 100 = 1 \text{ mL}$

- volume de soude (mL) = 100 - volume de solution étalon (mL)

Matériel de laboratoire :

- une pipette graduée de 5 mL pour la solution étalon ;
- fioles jaugées de 100 mL pour les solutions filles à ajuster au trait de jauge avec la soude.

5.3.

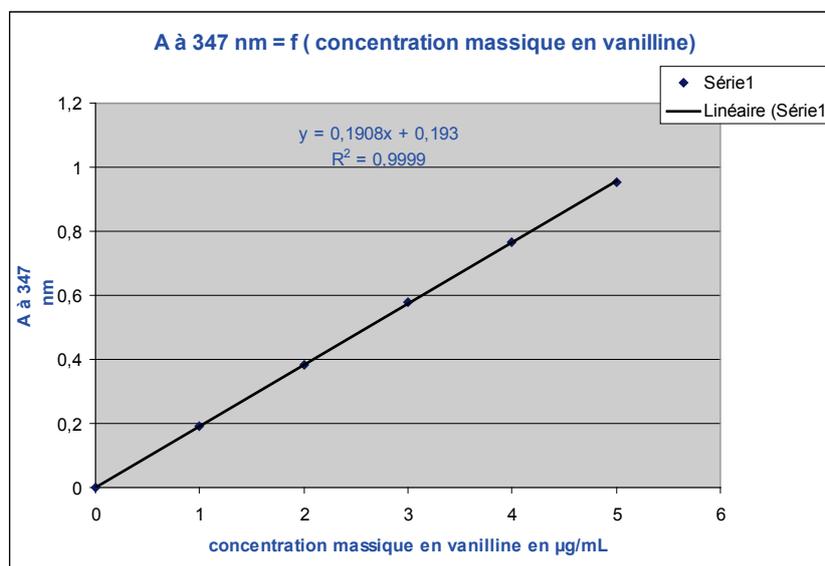
$$t_{\text{solution fille en vanilline}} (\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}) = (t_{\text{solution étalon en vanilline}} (\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}) \times V_{\text{solution étalon}} (\text{mL})) / V_{\text{solution fille en vanilline}} (\text{mL})$$

Exemple pour SF1 :

$$t_{\text{SF1 en vanilline}} (\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}) = (100 \times 1) / 100 = 1 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$$

$$t_{\text{SF1 en vanilline}} (\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}) = 1,0 (\pm 0,1) \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$$

5.4.



Coefficient de corrélation au carré = 0,9999

Relation mathématique : $A_{347 \text{ nm}} = 0,1908 t_{\text{en vanilline}} + 0,193$

5.5.

Pour Essai 1 : $t_{\text{en vanilline}} = (0,673 - 0,193) / 0,1908 = 2,52 (\pm 0,01) \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$

Pour Essai 2 : $t_{\text{en vanilline}} = (0,684 - 0,193) / 0,1908 = 2,57 (\pm 0,01) \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$

5.6.

L'échantillon analysé en spectrophotométrie a été dilué au 1/100^e donc :

$$t_{\text{en vanilline de l'échantillon pur}} = t_{\text{en vanilline}} \times K \text{ avec } K = 100$$

$$\text{Pour Essai 1 : } t_{\text{en vanilline de l'échantillon pur}} = 2,52 \times 100 = 252 \text{ } \mu\text{g.mL}^{-1}$$

$$\text{Pour essai 2 : } t_{\text{en vanilline de l'échantillon pur}} = 2,57 \times 100 = 257 \text{ } \mu\text{g.mL}^{-1}$$

5.7.

$t_{\text{gousse de l'échantillon pur}}$ = masse des 6 gousses de vanilles (mg)/volume de la fiole jaugée (mL)

$$\%_{\text{massique en vanilline des gousses}} = (t_{\text{en vanilline de l'échantillon pur}} / t_{\text{gousse de l'échantillon pur}}) \times 100$$

Calcul :

$$t_{\text{gousse de l'échantillon pur}} = (18 \cdot 10^3 / 250) = 72 \text{ mg.mL}^{-1}$$

$$\%_{\text{massique en vanilline des gousses}} = 252 / 72 = 3,5 \% \text{ ou } 3,6 \%$$

Les gousses de vanille analysées ont un pourcentage massique en vanilline acceptable car supérieur à 2 %.