

TP 4 : Contrôle qualité d'un extrait de vanille

Capacités expérimentales travaillées :

- Réaliser une extraction liquide-liquide
- Identifier la nature des phases dans une ampoule à décanter
- Justifier un protocole d'extraction sur la base de données fournies
- Pratiquer une démarche expérimentale pour déterminer une concentration par spectrophotométrie UV-visible

Si la vanille a longtemps été utilisée pour ses vertus médicinales, elle trouve également sa place dans nos cuisines. Il est possible de la trouver dans le commerce sous différentes formes : sous la forme de sucre vanillé ou encore sous la forme d'extrait de vanille.

L'objectif de ce TP est de **vérifier leur teneur en vanilline**, qui doit être **d'au moins 0,2 % en masse** pour que le produit puisse porter l'indication "**arôme de vanille**", d'un extrait de vanille, dont l'étiquette est fournie ci-dessous. Cet extrait de vanille a une densité : $d = 1,1$.

L'**ion vanillinate**, la base conjuguée de la vanilline, est un **composé coloré** dont le spectre d'absorption est connu et qu'il est facile de **doser par spectrophotométrie**. L'arôme de vanille pouvant contenir plusieurs arômes différents, dont plusieurs peuvent être colorés, il va falloir extraire la vanilline, avant de doser la solution de vanillinate pure par spectrophotométrie.



ARÔME VANILLE. INGRÉDIENTS : Eau, sucre, sirop de glucose, arôme, propylène glycol.
A conserver à l'abri de la lumière, de la chaleur et de l'humidité.

Objectif : Extraire la vanilline d'un extrait de vanille

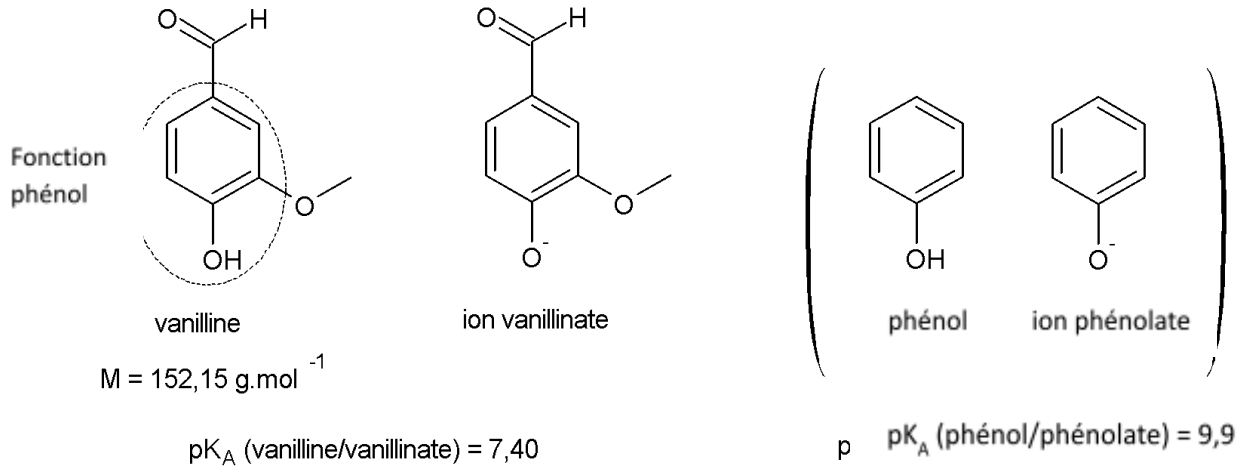
Réaliser un dosage spectrophotométrique par étalonnage de l'ion vanillinate obtenu par extraction.

Document 1 : Données physico-chimiques de quelques solvants organiques

	Eau	Eau salée	Cyclohexane	Éthanol	Éthanoate d'éthyle	Ether diéthylique
Densité	1,00	1,13	0,779	0,789	0,897	0,714
Miscibilité avec l'eau		oui	non	oui	non	non
Solubilité de la vanilline	1 mg/ 100 mL	très peu soluble	soluble	très soluble	très soluble	très soluble
Solubilité de l'ion vanillinate	très soluble	très soluble	insoluble	insoluble	insoluble	insoluble
Solubilité du sucre et du glucose	très soluble	très soluble	insoluble	soluble	insoluble	insoluble
Miscibilité du propylène glycol (liquide)	miscible	miscible	Non miscible	miscible	partiellement miscible	partiellement miscible
Précautions d'emploi						

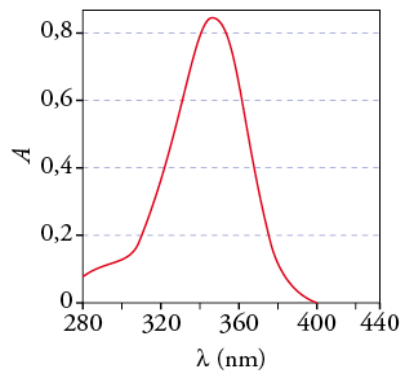
Document 2 : Données acido-basiques de la vanilline et de l'ion vanillinate

La vanilline possède une fonction phénol, à l'origine du caractère acide de cette molécule.



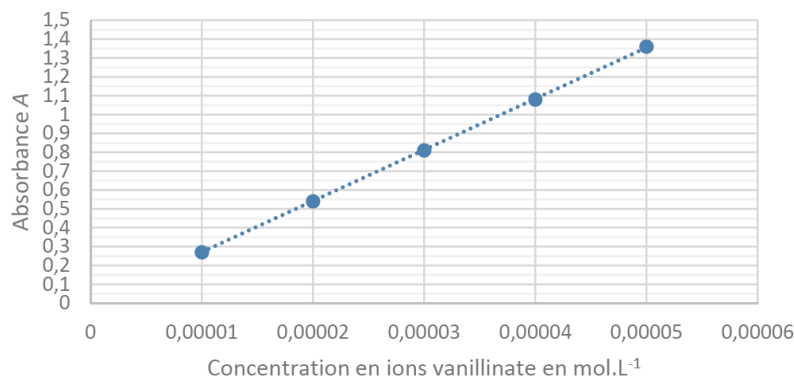
Document 3 : Propriétés spectroscopiques de l'ion vanillinate

Le spectre d'absorption d'une solution d'ions vanillinate, représentant l'absorbance A de la solution en fonction de la longueur d'onde λ est représenté ci-dessous :



Les absorbances de solutions étalon en ions vanillinate (base conjuguée de la vanilline) dissous dans une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium à $0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ont été mesurées afin d'obtenir la courbe d'étalonnage ci-dessous. Le spectrophotomètre a été réglé de manière à avoir la plus grande sensibilité.

$A = f(C)$ (Ion vanillinate)



Préparation théorique (à faire avant de venir en TP) :

1. Quel est le pK_A attendu ordinairement pour un couple alcool/alcoolate ? Expliquez pourquoi le pK_A du couple phénol/phénolate est plus bas que cela, et pourquoi le pK_A du couple vanillinate/vanilline est encore plus bas.
2. D'après les données du *document 1*, quel solvant choisir pour l'extraction de la vanilline ?
3. Quelle loi vérifie la courbe d'étalonnage du *document 3* ? L'énoncer en définissant les grandeurs introduites.
4. Quelle est la longueur d'onde de travail la plus adaptée pour réaliser cette courbe d'étalonnage ?

Avant de répondre aux questions suivantes, lire le protocole d'extraction indiqué dans la partie expérimentale.

5. Expliquer l'intérêt de diluer l'extrait de vanille dans l'eau salée, et pas dans l'eau pure, avant de réaliser l'extraction.
6. Pour l'étape 3 du protocole fourni, dessiner l'ampoule à décanter avec la phase organique et la phase aqueuse. Indiquer où se trouve la vanilline et les autres constituants de l'extrait naturel. Pourquoi réalise-t-on 2 extractions avec 20 mL de solvant organique et pas une seule extraction avec 40 mL ?
7. Pour l'étape 5 du protocole fourni, dessiner l'ampoule à décanter avec la phase organique et la phase aqueuse. Indiquer la nature de la molécule d'intérêt et sa position. Pourquoi vérifie-t-on le pH dans la deuxième phase aqueuse ?
8. Si l'extrait de vanille a une teneur de 0,2% en vanilline, quelle est la concentration molaire en ion vanillinate attendue dans la solution S obtenue à la fin du protocole fourni ?

Travail pratique :

① Extraction de la vanilline

- 1) Placer environ 30 mL de solution saturée de chlorure de sodium NaCl dans un bécher
- 2) Y ajouter précisément 1,0 mL d'extrait de vanille liquide et agiter jusqu'à obtenir un mélange homogène
- 3) Extraire la phase aqueuse 2 fois avec 20 mL de solvant organique. Si une forte émulsion apparaît, rajouter de la solution saturée de NaCl.
- 4) Éliminer la phase aqueuse et rassembler les deux phases organiques en une seule.
- 5) Extraire la phase organique 2 fois avec 50 mL de NaOH. Vérifier à l'aide d'un papier pH que la deuxième phase aqueuse obtenue a un pH supérieur ou égal à 9.
- 6) Rassembler ces deux phases aqueuses dans une fiole jaugée de 250 mL et compléter la fiole jaugée avec la solution de soude à $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$. On obtient ainsi une solution S.

② Dosage de la solution d'ions vanillinate

- Réaliser la dilution de la solution S d'ion vanillinate discutée lors de la préparation théorique, pour obtenir une solution diluée S'.
 - Faire une mesure de l'absorbance de la solution diluée S' obtenue à la longueur d'onde de travail adaptée que vous avez déterminée à la question 8.
- A partir de la mesure effectuée, calculer la concentration molaire en ion vanillinate de la solution S'.
- En déduire la concentration en vanillinate dans la solution S, puis la teneur massique en vanilline dans l'extrait naturel.
-

🔍 **A la fin du TP, rendre un compte-rendu par binôme** présentant la démarche suivie pour déterminer la concentration en vanilline dans l'extrait de vanille. Pour cela, aidez-vous de la liste ci-dessous de points à aborder lors de la rédaction du compte-rendu.

Points à aborder lors de la rédaction du compte-rendu type pour une extraction liquide-liquide

Principe de l'extraction par le solvant organique

- Bilan des espèces présentes dans la solution initiale
- Choix du solvant d'extraction
- Mise en place de l'extraction : faire un schéma de l'ampoule à décanter au début de l'extraction puis une fois la décantation terminée. Indiquer quelles espèces chimiques se trouvent dans quelles phases.
- Nombre d'extractions réalisées

Principe de l'extraction par la soude (reprendre les étapes précédentes)

Analyse de la solution aqueuse extraite

- Préparation de la solution S'
- Longueur d'onde choisie, mesure d'absorbance

Résultats et exploitation

- Détermination de la concentration en ions vanillinate dans la solution S'
- Concentration en vanilline dans l'extrait de vanille, comparaison avec les données de l'étiquette