

Correction du TP1 : Extraction de l'arôme de vanille et identification par CCM

Introduction :

Afin de séparer l'arôme de vanilline du sucre vanillé, on réalise une **extraction liquide-liquide**. Puis l'arôme est identifié par CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE de silice (CCM).

Pour une extraction liquide-liquide, les deux solvants choisis doivent être **non miscibles** et solubiliser chacun une espèce différente.

- Le sucre possède de nombreux groupements hydroxyles ce qui le rend polaire et protogène. Il sera très soluble dans un solvant polaire, protogène **comme l'eau** avec lequel il pourra former de nombreuses **liaisons hydrogènes et des interactions de Van der Waals type KEESOM entre dipôles permanents**.

- L'arôme de vanille est moins polaire car il possède des liaisons C-O un peu polarisée et aussi un hydroxyle O-H pour la vanilline. Toutefois l'arôme de vanilline est volumineux et polarisable. Il pourra former des **interactions de van der Waals type LONDON et DEBYE avec l'éthanoate d'éthyle moyennement polaire et polarisable également**.

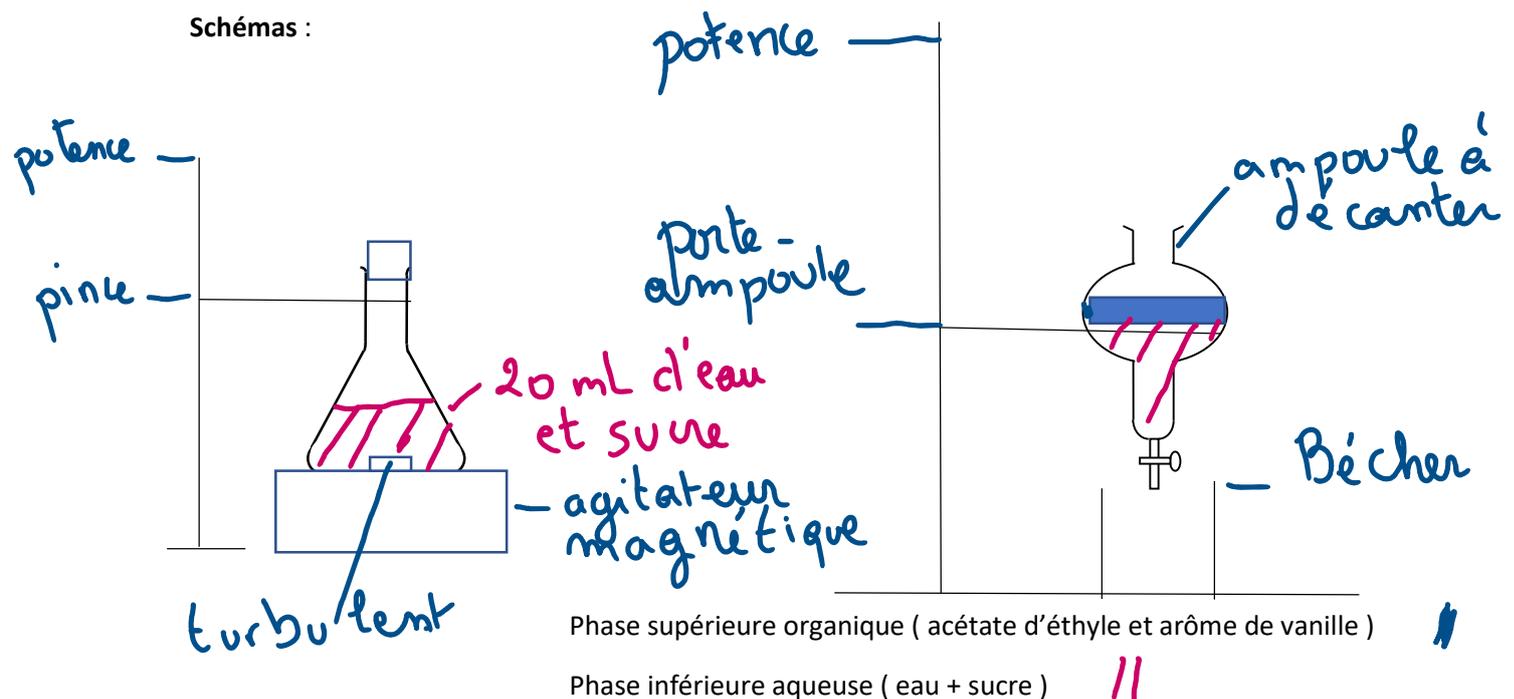
- L'éthanoate d'éthyle peu polaire mais polarisable et l'eau ne sont pas miscibles car l'eau est une molécule protogène trop **petite** pour être polarisable. Les deux solvants s'excluent. Ils sont parfaits pour une extraction liquide-liquide.

1-Séparation du sucre et de l'arôme de vanille par EXTRACTION LIQUIDE-LIQUIDE

Protocole d'extraction liquide-liquide

- Peser 3,5 g de sucre vanillé arôme artificiel sur une balance préalablement tarée
- Agiter le sucre et 20 mL d'eau distillée dans un erlenmeyer jusqu'à dissolution complète
- Extraire avec 10 mL d'éthanoate d'éthyle dans une ampoule à décanter
- Séparer les phases dans 2 erlenmeyers

Schémas :



Position relative des deux phases :

On considère la densité des solvants pour comparer la densité des deux phases. Les densités des solutés, introduits en quantité très faible, ne peuvent modifier l'ordre des phases.

$$0,92 < 1$$

$$d(\text{éthanoate d'éthyle}) < d(\text{eau})$$

L'éthanoate d'éthyle, moins dense, flotte sur l'eau et constitue la phase supérieure.

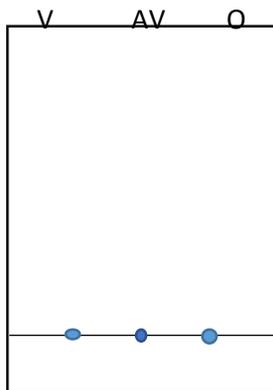
Composition des phases : (décrite en introduction via la solubilité comparée du sucre et de l'arôme)

2- Identification de l'arôme de vanille par CCM**Protocole de chromatographie sur couche mince de silice**

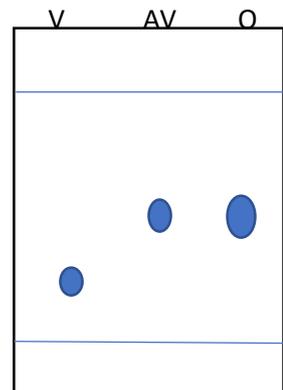
- Saturer une cuve à chromatographie avec 10 mL d'éluant (cyclohexane/éthanoate d'éthyle 3/1)
- Déposer les références (éthanoate de vanilline et vanilline) et l'extrait en phase organique à l'aide de capillaires
- Eluer.
- Révéler sous une lampe UV

Schémas de la plaque de silice avant et après élution :

Avant élution

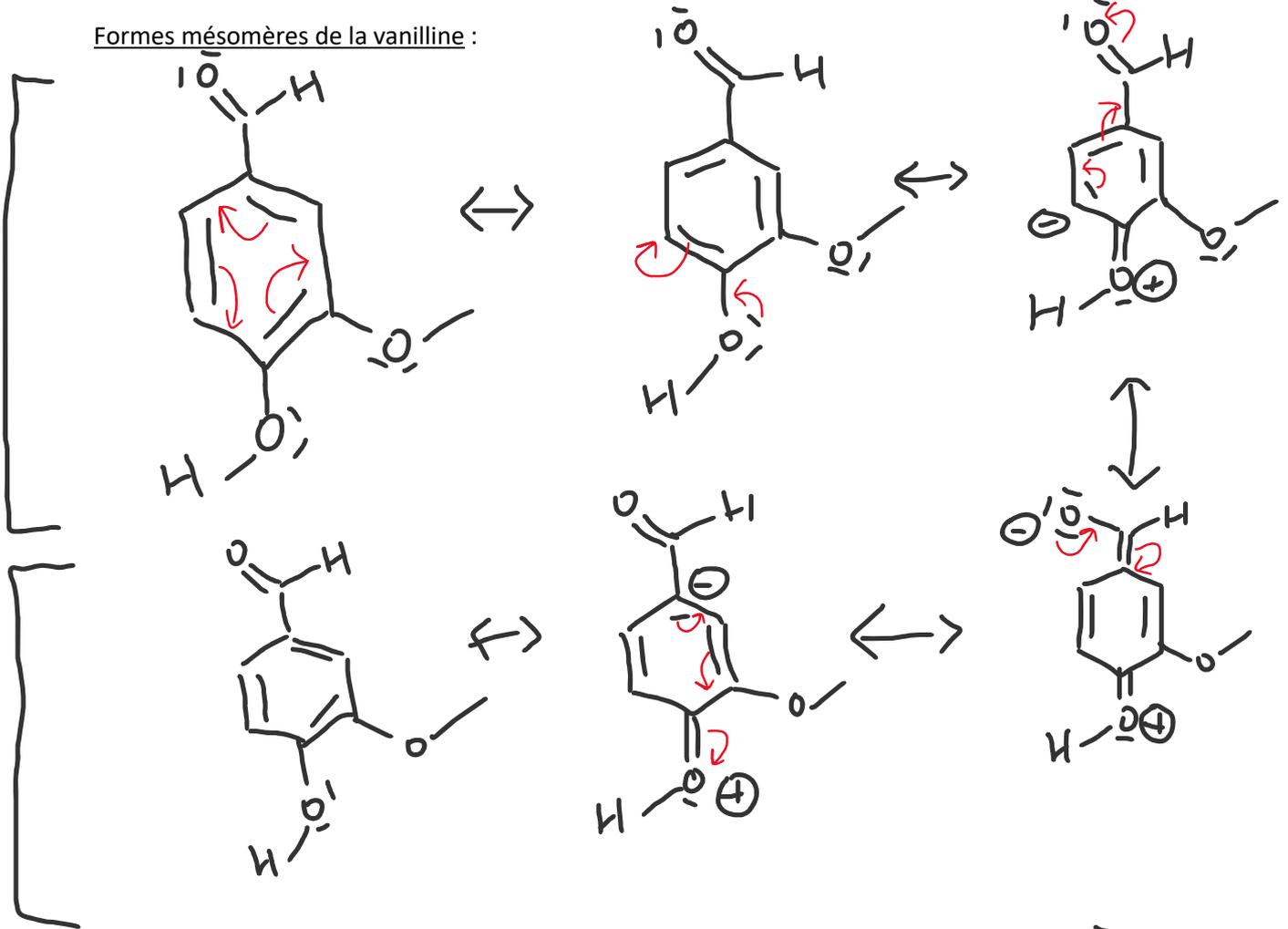


Après élution

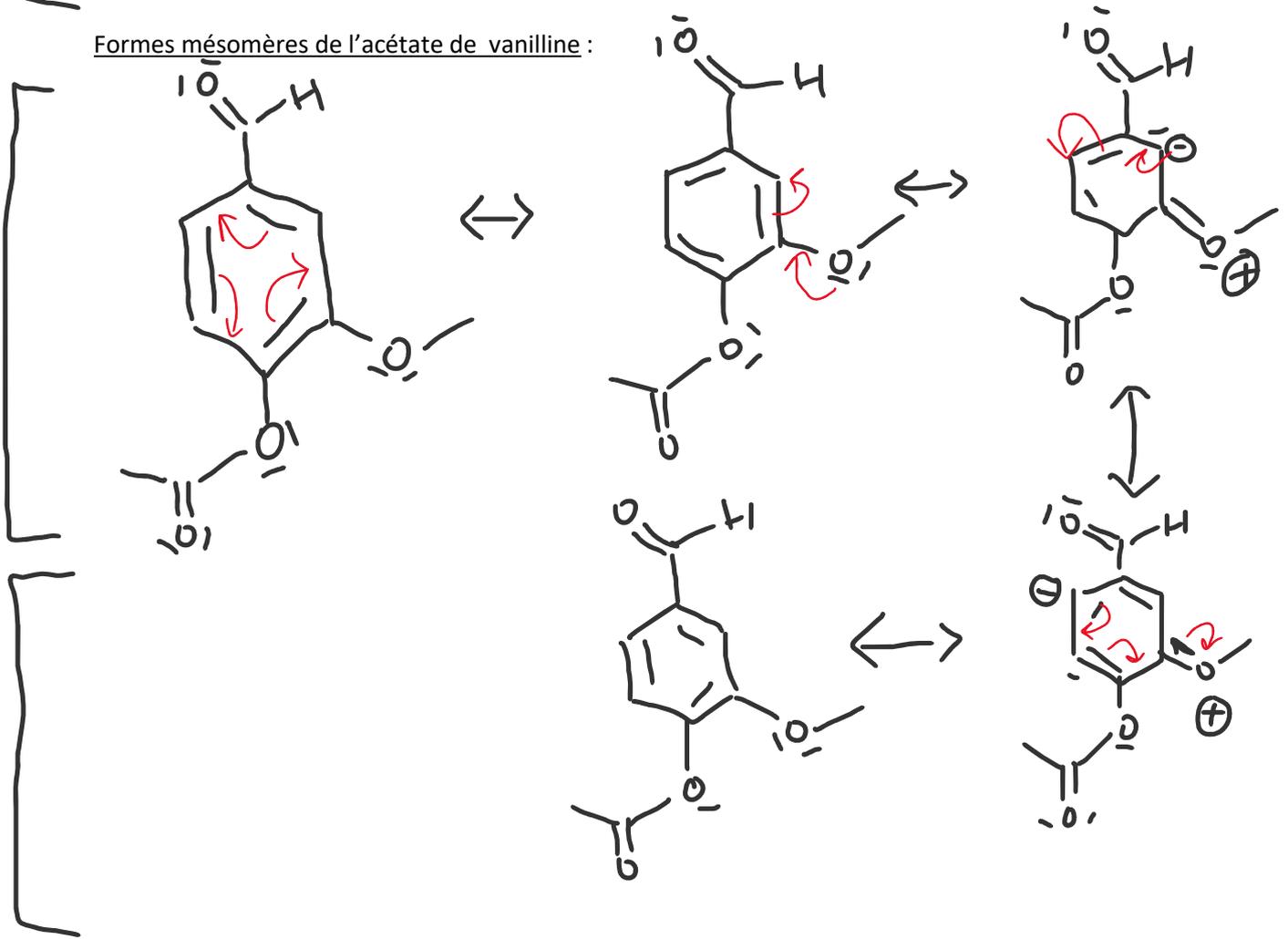
**Méthode de révélation sous UV :**

La molécule possède plusieurs groupements dits « chromophores » absorbant les UV proches comme les doubles liaisons conjuguées $C=C-C=C$ ou $C=C-C=O$. La délocalisation électronique est importante dans les trois molécules d'arômes et toutes les liaisons ont un caractère entre simple et double liaison. C'est pourquoi ces molécules absorbent fortement les UV proches.

Formes mésomères de la vanilline :



Formes mésomères de l'acétate de vanilline :



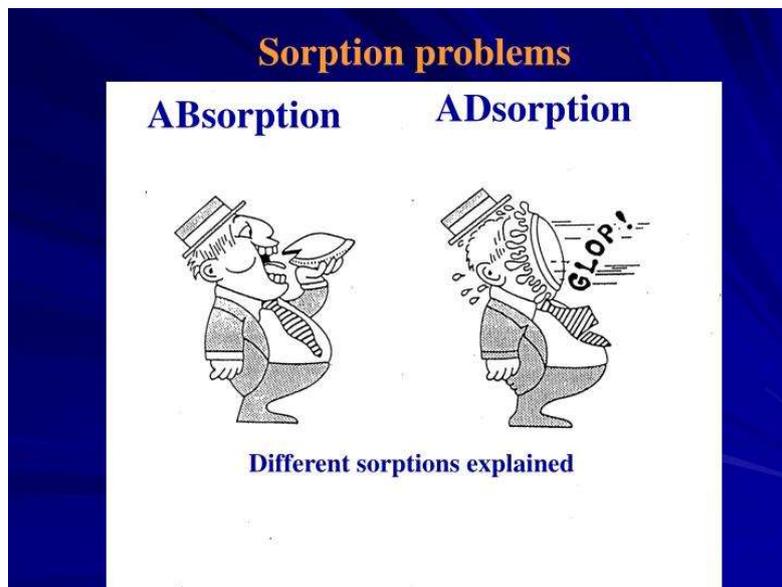
Interprétation du chromatogramme

Ordre d'éluion : Plus la molécule migre et moins elle est polaire

⇒ L'éthanoate de vanilline (moins polaire) se retrouve plus haut sur la plaque de silice que la vanilline (plus polaire)

En effet, la silice est polaire et protogène. Elle adsorbe les molécules polaires et protogènes. Plus la molécule est polaire et plus elle sera adsorbée. Les molécules les plus polaires restent adsorbées en bas de la plaque car elles sont peu entraînées par l'éluant.

IMPORTANT : Ne pas confondre ABSORPTION et ADSORPTION



Analyse du chromatogramme :

- Chaque chromatogramme est formé par une seule tâche donc les espèces sont pures.
- D'après les rapports frontaux dans l'éluant cyclohexane/éthanoate d'éthyle (3/1)
 $R_f(\text{vanilline}) = 0,7 / 4,5 = 0,16$
 $R_f(\text{éthanoate de vanilline}) = R_f(\text{extrait}) = 1,5 / 4,5 = 0,33$

La hauteur de migration étant **CARACTERISTIQUE** d'une espèce chimique pour une chromatographie donnée, on peut identifier l'extrait comme étant de **l'éthanoate de vanilline**