

On se propose d'isoler l'arôme de vanille. Pour cela nous allons réaliser une extraction par solvant.

1 Dissolution dans l'eau

Cette extraction peut être menée à partir de gousses naturelles de vanille ; pour des raisons pratiques, nous allons directement utiliser un sachet de sucre vanillé.

- Verser 30 mL d'eau distillée dans un erlenmeyer, les 30 mL étant mesurés à l'éprouvette graduée.
- Dissoudre 2 g de sucre vanillé dans l'eau, en agitant vigoureusement. Placer le tout dans l'ampoule à décanter.

a. Pourquoi faut-il utiliser de préférence un erlenmeyer ?

2 Choix du solvant

L'arôme de vanille est mélangé à l'eau et au sucre ; nous allons le « faire sortir » de ce mélange, c'est-à-dire l'extraire. Parmi les nombreuses techniques d'extraction, nous allons essayer une extraction par un solvant. Pour cela il faut choisir un solvant.

Voici quelques données que l'on peut trouver sur des solvants courants :

	Eau	Cyclohexane	Dichlorométhane	Éther diéthylique
Formules	H ₂ O	C ₆ H ₁₂	CH ₂ Cl ₂	C ₄ H ₁₀ O
Température d'ébullition	100 C	80,7 C	40 C	34 C
Densité	1	0,78	1,32	0,71
Miscibilité à l'eau		Non	Non	Oui
Solubilité de la Vanille	-	+++	++	++
Risques		F	Xn	F+

b. Quel solvant faut-il choisir ? Pourquoi ?

- Ajouter 10 mL du solvant choisi au mélange. Compléter la **figure 1** avec les mots : *erlenmeyer*, *dichlorométhane*, *phase aqueuse*, *ampoule à décanter*.

3 Avec l'ampoule à décanter

Le choix du solvant a amené à avoir deux phases, une phase aqueuse et une phase organique. Nous allons utiliser l'ampoule à décanter pour séparer (par *décantation*) les deux phases.

- Boucher et agiter l'ampoule à décanter en effectuant, de temps à autre, un *dégazage* pour faire sortir les gaz apparus lors de l'agitation. Compléter la légende de la **figure 2** avec les mots : *Robinet pour dégazer*, *agitation*, *bouchon tenu fermement avec l'index*.
- Laisser décanter. Compléter la **figure 3**.

c. Comment vérifier expérimentalement la position de la phase aqueuse ? Quelle(s) donnée(s) du tableau ci-dessus permet(tent) de lever le doute ?

- Séparer les deux phases en laissant écouler les liquides jusqu'à leur surface de séparation, en recueillant l'un des deux liquides dans un petit bécher.

4 Déshydratation & filtration

Même lorsque deux liquides comme l'eau et le dichlorométhane ne sont pas miscibles, il y a toujours un peu de chacun qui se dissout dans l'autre ; ainsi il reste des traces d'eau dans la phase organique principalement formée de dichlorométhane. Nous allons définitivement éliminer l'eau en utilisant un desséchant, le sulfate de magnésium anhydre.

- Ajouter du sulfate de magnésium anhydre à la phase organique, agiter.
- Filtrer le mélange, récupérer le filtrat.
- Compléter la **figure 4** avec les mots : *filtrat*, *cône de papier-filtre*, *entonnoir*, *mélange*, *baguette de verre*.

d. La solution obtenue est-elle homogène ?

5 Exploitation

Chaque groupe disposait soit d'un sachet de sucre vanillé (arôme naturel), soit d'un sachet de sucre vanilliné (arôme artificiel).

e. D'après les indications du sachet, faire l'inventaire des substances naturelle(s) et/ou synthétique(s).

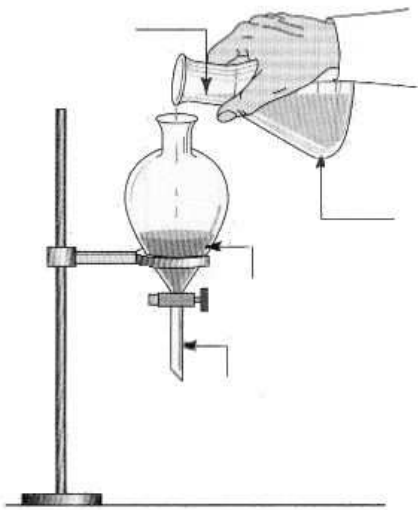


Figure 1
Introduction du solvant

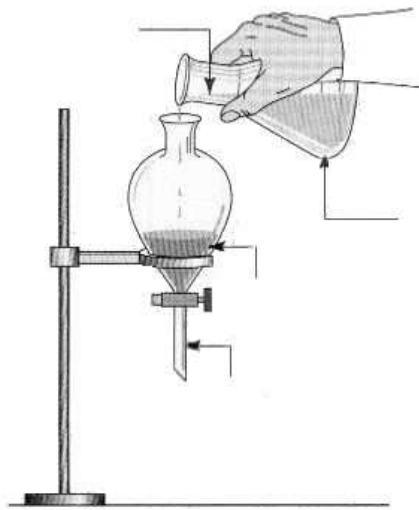


Figure 1
Introduction du solvant

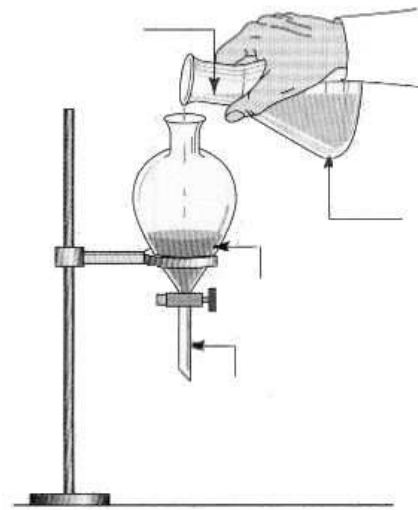


Figure 1
Introduction du solvant

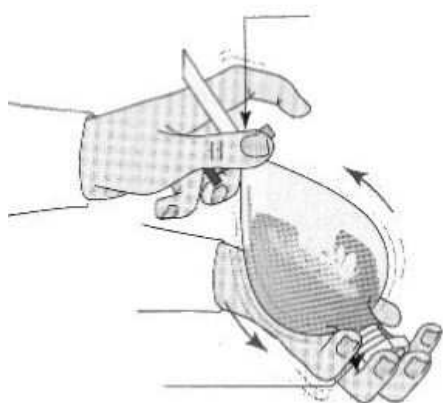


Figure 2
Agitation et dégazage

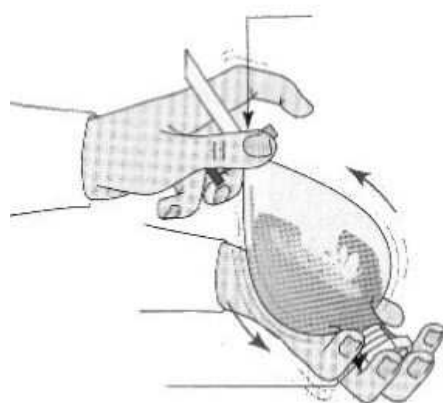


Figure 2
Agitation et dégazage

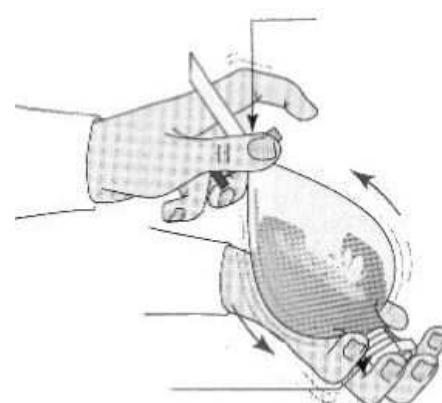


Figure 2
Agitation et dégazage

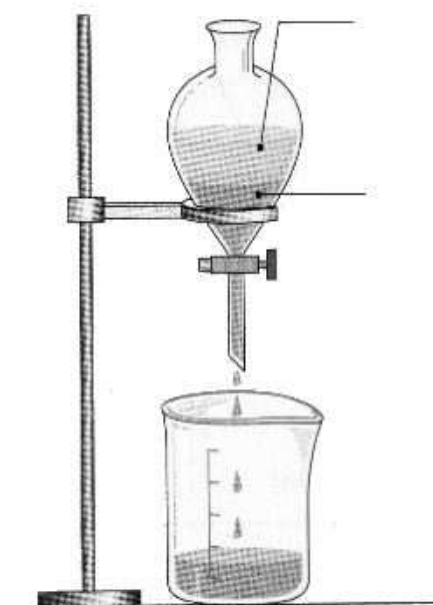


Figure 3
Séparation des deux phases

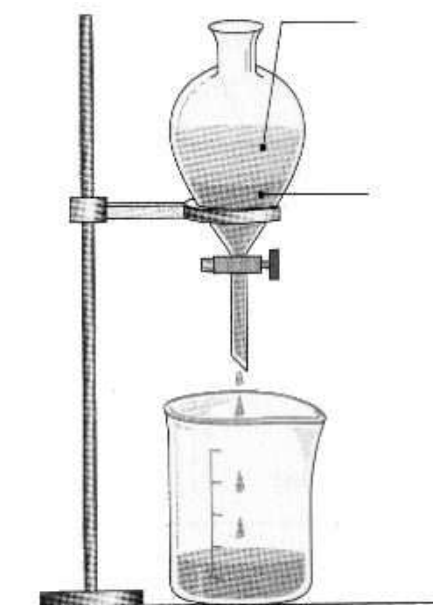


Figure 3
Séparation des deux phases

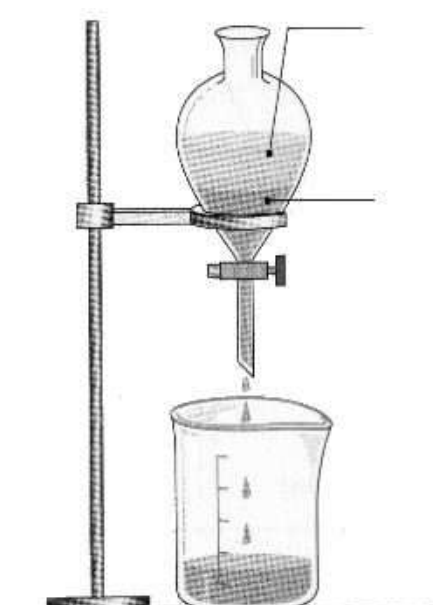


Figure 3
Séparation des deux phases

Correction du TP de Chimie n°5 Extraction de l'arôme de vanille

- a. Un erlenmeyer comporte un col étroit, et peut être bouché, ce qui simplifie la mise en œuvre lors de l'agitation vigoureuse.
- b. On rappelle les quatre critères de choix d'un solvant :
1. le solvant doit être peu dangereux, et on préfère un solvant novif à un inflammable, car il est plus facile de s'en protéger ;
 2. le solvant doit être volatil, c'est-à-dire de température d'ébullition basse ;
 3. le solvant ne doit pas être miscible à l'eau ;
 4. la substance à extraire doit être plus soluble dans le solvant que dans l'eau (qui est le solvant de départ dans cette extraction liquide-liquide) — c'est le point le plus important.

Analyse des données : l'éther diéthylique, miscible à l'eau, doit être exclu ; restent donc en lice le cyclohexane et le dichlorométhane. La vanille est plus soluble dans le dichlorométhane que dans le cyclohexane, donc ce premier semblerait bien convenir.

Question dangerosité, le dichlorométhane est nocif (Xn), il est donc définitivement préféré au cyclohexane très inflammable (F+).

- c. Expérimentalement, on peut vérifier la position de la phase aqueuse en versant quelques gouttes d'eau dans l'ampoule à décanter, et en observant dans quelle phase elles se déplacent.
La densité du dichlorométhane (qui forme l'essentiel de la phase organique) permet de lever le doute : $d = 1,32 > 1$ donc le dichlorométhane est plus dense que l'eau. Par suite, la phase organique se décante dans l'ampoule, c'est-à-dire qu'elle est « en bas ».
- d. La solution obtenue, le filtrat, est homogène.
- e. Les substances naturelles présentes dans le sachet de sucre vanillé sont le sucre, et l'extrait de gousse de vanille.
Les substances synthétiques éventuelles sont l'antiagglomérant et l'arôme de vanille de synthèse.

* *
* *

Seconde – TP de Chimie 5 Vanille

Au bureau

- Sucre vanillé (deux sortes : “véritable” et de synthèse)
- Graisse à rodage
- Ampoule à décanter sur support
- Cyclohexane
- Dichlorométhane
- Éther diéthylique
- 2 béchers
- Sulfate de magnésium anhydre
- Boîtes de gants 2 tailles
- 2 balances
- Carrés de papier-filtre

×7 groupes

- Erlenmeyer 100 mL + bouchon adapté
- Pisette d'eau distillée
- Éprouvette graduée 50 mL
- Ampoule à décanter sur support
- Entonnoir sur support + baguette de verre
- 3 petits béchers
- Coupelle
- Spatule