

TP CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE

NIVEAU SECONDE

Objectifs du TP

- Réinvestir les savoirs et savoir-faire sur la chromatographie vue au TP précédent
- Exploiter qualitativement un chromatogramme

Temps disponible : 1,5 Heures

Documents à disposition

- anciens TP et cours.
- énoncé du TP contenant des informations, distribué dès le début de la séance.

Déroulement de la séance

- Un texte préparant à la problématique est lu avec les élèves. Des questions peuvent être posées afin de s'assurer qu'ils aient bien compris son sens largement en rapport avec le programme. La problématique est alors annoncée, les solutions préparées à l'avance sont montrées.
- Le matériel est disposé au bureau du professeur et sur un chariot.
- Un Compte rendu est à rendre lors du cours suivant. L'aspect expérimental est privilégié. Les élèves peuvent toutefois commencer celui-ci en fin de séance de travaux pratiques s'ils le désirent.

ENONCE

Texte introductif et problématique : Naturel ? Artificiel ? Synthétique ?

« Bien que "tout" soit chimique, il est courant de constater que "l'artificiel" est assimilé à "produit chimique" (avec une connotation négative) alors que le naturel, et bien, est ... naturel.

L'étude de l'arôme vanille est un bon point de départ pour clarifier les choses. Que ce soit dans les crèmes desserts, les yaourts, les glaces, ... l'arôme vanille est bien connu de tous.

Utilisée par les aztèques, (re)découverte au Mexique vers 1500 par les espagnols, importée à la Réunion (île bourbon) vers 1800, cette variété d'orchidée fut d'abord appelée « vaynilla » puis « vanilla ». Il fallu attendre la découverte d'une technique de fécondation artificielle pour que puisse démarrer son exploitation à grande échelle

Source : Wikipédia

L'extrait de vanille contient de la **vanilline**, composé essentiellement responsable de l'arôme caractéristique. Pour information : « **La vanilline, l'acide vanillique, le parahydroxybenzaldéhyde et l'acide parahydroxybenzoïque sont les composés majoritaires de l'arôme** ». Ils sont présents dans la gousse à des concentrations élevées, respectivement : 2% ; 0,1% ; 0,1% et 0,02%. [...]"

Cette molécule peut également être obtenue en laboratoire par **synthèse chimique**. L'utilisation du composé synthétique permet en outre de se libérer des aléas de la production agricole.

Cependant les connaisseurs vous diront que la vanilline de synthèse (réalisée à partir d'eugénol) ne vaut pas la vanille naturelle...

L'**éthylvanilline** est un composé de synthèse au pouvoir aromatique 3 à 4 fois supérieur à celui de la vanilline.

Situation :

Vous disposez de solutions dans lesquelles sont dissous dans un solvant organique :

- de la gousse de vanille (naturelle)
- du sucre vanillé du commerce portant l'indication : arôme naturel
- du sucre vanillé du commerce portant l'indication : arôme de synthèse
- de la vanilline pure
- de l'éthylvanilline pure
- de l'Eugénol pur
- de la crème à la vanille arôme naturel



Problème : Comment identifieriez vous la présence ou pas de vanilline ou d'éthylvanilline dans quelques produits alimentaires en utilisant une technique de séparation des molécules : la chromatographie sur couche mince (CCM) ?

Informations

- La CCM se fera sur une plaque recouverte de gel de silice à découper précautionneusement
- L'éluion sera réalisée avec l'éluant : éthanoate d'éthyle / cyclohexane 1:1 (vol)
- Pour le choix des espèces déposées, il y aura obligatoirement les deux dépôts correspondant aux solutions de sucres vanillés.
- La révélation des dépôts sera réalisée selon votre choix soit par vaporisation d'une solution de DNPH (attention à H₂SO₄ !) ou en lumière UV à 254 nm (attention aux UV !) ou dans un bain de permanganate de potassium.
- Vous pouvez refaire plusieurs chromatographies selon votre organisation
- Le point sécurité

Ethanoate
d'éthyle
C₄H₈O₂

M : 88,10
[Fiche toxicologique](#)
R11 très inflammable
R36 irritant pour les yeux
S16 conserver à l'écart de toute flamme. ne pas fumer
S26 en cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et
abondamment avec de l'eau. Consulter un médecin
S33 éviter l'accumulation de charges électrostatiques

Vanilline
C₈H₈O₃

M : 152,14
[Fiche toxicologique](#)
R22 nocif en cas d'ingestion
S24/25 éviter le contact avec la peau

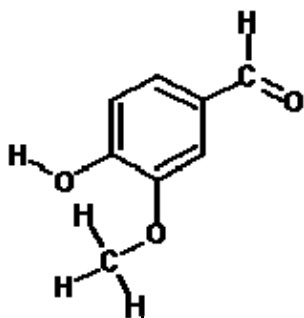
Ethylvanilline
C₉H₁₀O₃

M : 166,17
[Fiche toxicologique](#)
R22 nocif en cas d'ingestion

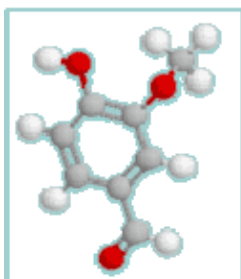
cyclohexane
C₆H₁₂

M : 84,16
[Fiche toxicologique](#)
R11 très inflammable
R38 irritant pour la peau
R50/53 très toxique pour les organismes aquatiques
R65 peut causer des dommages aux poumons
S16 conserver à l'écart de toute flamme. ne pas fumer
S33 éviter l'accumulation de charges électrostatiques
S60 éliminer le produit et son récipient comme un déchet
dangereux
S61 éviter le rejet dans l'environnement. Consulter la fiche de

La vanilline ou 3-méthoxy-4-hydroxybenzaldéhyde

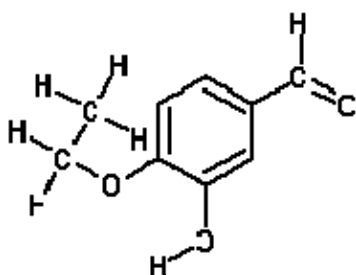


- Formule : $C_8H_8O_3$
- Masse moléculaire : 152,15 g/mol
- Nom : 3-méthoxy-4-hydroxybenzaldéhyde
- Propriétés : cristaux blancs sensibles à l'humidité et la lumière
- Température de fusion : 81-83°C

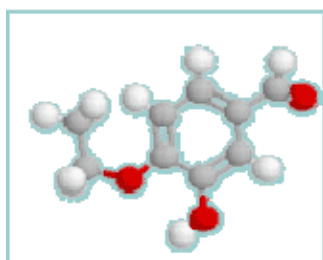


- **Solubilité**
 - dans l'eau : faible (1g/100ml)
 - soluble dans l'éthoxyéthane et (acétate d'éthyle), dans l'éthanol

L'éthylvanilline ou 3-éthoxy-4-hydroxybenzaldéhyde



- Formule : $C_9H_{10}O_3$
- Masse moléculaire : 166,189
- Nom : 3-éthoxy-4-hydroxybenzaldéhyde
- Propriétés : poudre blanche, sensible à la lumière
- Température de fusion : 76-78°C



- **Solubilité**
 - quasi insoluble dans l'eau
 - soluble dans les solvants organiques

Consigne pour le compte rendu

- Effectuer un schéma annoté de votre chromatographie. Vous préciserez :
 - le nom du matériel, de la verrerie choisie
 - les étapes dans l'ordre de la réalisation de la CCM, du découpage de la plaque adaptée à votre cuve jusqu'à l'arrêt de l'élution et la révélation des tâches.
 - Les consignes de sécurité à respecter concernant notamment les solvants organiques, leur récupération...
 - Exploiter qualitativement les positions des tâches obtenues afin d'identifier ou pas la présence :
 - de corps purs
 - de mélanges
 - de la présence de vanilline ou d'éthylvanilline dans les composés alimentaires
 - Argumentez toutes vos réponses et conclure avec esprit critique quant à l'arôme artificiel et naturel de vanille.
 - Pourriez-vous refaire une chromatographie avec des dépôts différents (nous n'avons pas utilisé par exemple l'EugénoI....) et à quoi vous attendriez vous ?

Conclusion

- Les élèves de seconde ont travaillé précédemment sur la séparation de colorants alimentaires et possèdent toutes les consignes et étapes concernant la CCM. Contrairement au TP précédent, les espèces et substances chimiques sont incolores, il faudra donc les révéler. Cette étape reste un moment fort du TP.



- Chaque élève manipule et réalise sa propre chromatographie. Rien n'est sur la paillasse. L'élève doit choisir sa verrerie et son matériel pour la réaliser. Les dépôts se font à l'aide de piques en bois à la paillasse professeur. Les élèves indiquent au crayon à papier les espèces ou substances déposées.
- La séance peut permettre de réaliser une évaluation expérimentale comme dans l'exemple proposé ci-dessous.

GRILLE EVALUATION	POSTE1	POSTE2	POSTE3	POSTE4
Nom				
Réalisation de la chromatographie				
Manipulation de la plaque par les côtés	••	••	••	••
Découpage adapté de la plaque	••	••	••	••
Ligne de dépôt au crayon à papier	••	••	••	••
Ligne de dépôt : silice non endommagée	••	••	••	••
Hauteur ligne de dépôt par rapport à la ligne d'éluant	•••	•••	•••	•••
Dépôts des gouttes bien réalisés et concentrés	••	••	••	••
Dépôts des gouttes bien espacés	••	••	••	••
Repérage des dépôts	••	••	••	••
Placement de la plaque dans la cuve sans remous	•	•	•	•
Immobilité de la chromatographie pendant l'éluant	•	•	•	•
Couvercle pour vapeurs	••	••	••	••
Révélation				
Front du solvant repéré et marqué au crayon à papier	••	••	••	••
Révélation correcte : face silice à plat dans bain ou UV	••	••	••	••
Repère des tâches au crayon à papier	••	••	••	••
Séchage de la plaque	•	•	•	•
Organisation de la paillasse				
Zone de travail propre et bien dégagée	••	••	••	••
TOTAL / 15				

- Le CR est à rendre pour la séance suivante. Les spots mettent en évidence la présence de nombreuses molécules dans la gousse naturelle de vanille, et la présence de la même molécule dans le sucre vanillé à l'arôme naturel et de synthèse.
- 2 TP peuvent être consacrés à la chromatographie : si le premier doit être une mise au point des connaissances de collège avec une appropriation et une bonne compréhension de la technique et de son utilité, le deuxième peut être consacré à des applications plus ouvertes comme vanille artificielle et naturelle ou huile essentielle de lavande et acétate de linalyle (synthétisé), voire un travail sur les éluants : les élèves peuvent réaliser ou tester leur propre éluant en mélangeant des quantités différentes des deux solvants et observer les différences de migration lors de l'éluant.

Bibliographie

Ce TP a été inspiré des pages 25-26 et 27 du document d'accompagnement de seconde, document rédigé par le groupe d'experts de physique-chimie : Président Jacques TREINER et dans le groupe chimie : Dominique DAVOUS, Marie-Claude FEORE, Laure FORT, Robert GLEIZE, Thierry LEVEQUE, Marie-Blanche MAUHOURET, Thérèse ZOBIRI

Coordination : Anne-Laure Monnier, bureau du contenu des enseignements (direction de l'Enseignement scolaire)