

TP V. Contrôle de pureté de la vanilline commercial

Application du dosage acido-basique

I.Introduction.

La vanille est le fruit d'une orchidée grimpante, le vanillier, qui a besoin d'un climat tropical chaud et humide pour se développer. On la cultive à Madagascar, à Tahiti, à La Réunion, en Amérique du Sud... Elle est utilisée dans de nombreux domaines comme par exemple la parfumerie, l'industrie agro-alimentaire, en tant qu'intermédiaire de synthèse dans l'industrie pharmaceutique. La composition de la gousse de vanille est très riche en arômes dont le principal est la vanilline. Du fait de son coût d'extraction élevé, on lui préfère souvent aujourd'hui la vanilline de synthèse ou encore l'éthylvanilline qui a un pouvoir aromatisant 2 à 4 fois plus grand.

Principe du dosage pH-métrique de la vanilline contenue dans un extrait de vanille acheté dans le commerce:

La vanilline contenue dans un échantillon du commerce (solution aqueuse sucrée) est extraite par du dichlorométhane. Un traitement basique à l'aide d'une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium ($\text{Na}^+_{(\text{aq})} + \text{HO}^-_{(\text{aq})}$) permet ensuite de faire repasser la vanilline en solution aqueuse sous forme d'ion phénolate représenté ci-contre. On réalise ensuite un dosage par étalonnage de cet ion par spectrophotométrie UV-visible afin de déterminer la concentration en vanilline de l'échantillon du commerce.

I.Principe.

La vanilline dans la soude se transforme en vanillinate qui sera neutralisée par l'acide sulfurique.

II.Mode opératoire.

1. Préparer une solution (S₀) de soude à 0,100 mol/l.
2. Préparer une solution (S₁) de vanilline commerciale (0,01 g/l); dans la solution (S₀).
3. Réaliser ensuite le titrage pH-métrique de V₀ = 20,0 ml de la solution (S₁) par une solution de l'acide sulfurique (S₃) (0,100 mol/l).

III.Protocole expérimentale:

Peser 5,00 g de vanilline commerciale que l'on transvase quantitativement dans une fiole jaugée de 500,0 mL ; solubiliser la vanilline et compléter au trait de jauge à l'aide de soude à 0,100 mol/L. Réaliser ensuite le titrage pH-métrique de V₀ = 20,0 mL de la solution de vanilline par de l'acide sulfurique C_{H₂SO₄} = 0,100 mol/L.

Compléter le tableau ci-dessous.

$V_{H_2SO_4}(mL)$	1,0	2,0	2,5	3,0	3,1	3,2	3,4	3,5	4,0	5,0	6,0
pH											
$V_{H_2SO_4}(mL)$	7,0	8,0	9,0	9,5	10,0	10,5	11,0	12,0	13,0	14,0	15,0
pH											

IV. Questions.

1. Tracer la courbe $pH = f(V_{H_2SO_4})$.
2. Attribuer chacun des deux points d'équivalence à son composé.
3. Déterminer la concentration C_{va} de la solution de vanilline.
4. Calculer la pureté correspondante à ce résultat.
5. Estimer graphiquement le pK_a de la vanilline.
6. Ecrire la réaction du dosage

$M_{molaire}(\text{vanilline})=152g/mole.$

