BACCALAURÉAT GÉNÉRAL

Épreuve pratique de l'enseignement de spécialité physique-chimie
Évaluation des Compétences Expérimentales

Cette situation d'évaluation fait partie de la banque nationale.

ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT

NOM :	Prénom :
Centre d'examen :	n° d'inscription :

Cette situation d'évaluation comporte **cinq** pages sur lesquelles le candidat doit consigner ses réponses.
Le candidat doit restituer ce document avant de sortir de la salle d'examen.

Le candidat doit agir en autonomie et faire preuve d'initiative tout au long de l'épreuve.
En cas de difficulté, le candidat peut solliciter l'examinateur afin de lui permettre de continuer la tâche.
L'examinateur peut intervenir à tout moment, s'il le juge utile.
L'usage de calculatrice avec mode examen actif est autorisé. L'usage de calculatrice sans mémoire « type collège » est autorisé.

CONTEXTE DE LA SITUATION D'ÉVALUATION

L'arôme de vanille est l'arôme le plus utilisé au monde : 15 000 tonnes sont utilisées par an, parmi lesquelles 40 tonnes proviennent des gousses du vanillier, une orchidée tropicale originaire d'Amérique Centrale.

Cet arôme est utilisé dans les crèmes glacées, yaourts, biscuits, confiseries, etc. Devant la demande croissante des consommateurs pour les « arômes de vanille », les chimistes synthétisent la vanilline, principale espèce de l'arôme de la vanille. Mais, ils ont aussi élaboré des espèces n'existant pas à l'état naturel comme par exemple, l'éthylvanilline dont les pouvoirs aromatisant sont plus élevés que celui de la vanilline.

Le but de cette épreuve est d'extraire l'arôme d'un sucre aromatisé « vanille » et d'identifier s'il s'agit de vanilline ou d'éthylvanilline.

INFORMATIONS MISES À DISPOSITION DU CANDIDAT

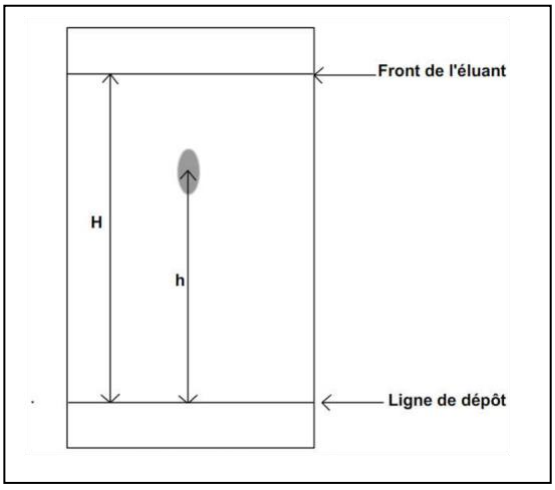
Nom et formule de la molécule	Vanilline	Éthylvanilline	Saccharose
Solubilité dans l'eau	Faible	Faible	Élevée
Solubilité dans l'éthanol	Élevée	Élevée	Faible
Solubilité dans le cyclohexane	Élevée	Élevée	Insoluble
Solubilité dans l'éthanoate d'éthyle	Élevée	Élevée	Insoluble
Solubilité dans le dichlorométhane	Élevée	Élevée	Insoluble

SOLVANT	Éthanol	Cyclohexane	Dichlorométhane	Éthanoate d'éthyle
Pictogramme sécurité				
Densité	0,78	0,78	1,3	0,92
Miscibilité dans le solvant eau	Totale	Non miscible	Non miscible	Non miscible

Extraction liquide-liquide

Pour pouvoir procéder à une extraction liquide-liquide, le solvant extracteur et le solvant où l'espèce à extraire est initialement dissoute doivent être non miscibles. L'espèce chimique à extraire doit être plus soluble dans le solvant extracteur que dans le solvant dans lequel elle est initialement dissoute.

Rapport frontal lors d'une CCM



Le rapport frontal R_f est caractéristique d'une espèce chimique dans un éluant donné et correspond au rapport de la hauteur h d'élution de la tache sur la hauteur H du front d'éluant, depuis la ligne de dépôt.

$$R_f = \frac{h}{H}$$

Pour un éluant cyclohexane/éthanoate d'éthyle 50/50 en volume :

R_f (vanilline) = ...

R_f (éthylvanilline) = ...

R_f (acétate de vanilline) = ...

Un sucre aromatisé à la vanille est constitué d'arôme de vanille et de saccharose (sucre). Afin de séparer l'arôme de vanille du sucre aromatisé, on réalise une extraction liquide-liquide. L'arôme sera ensuite identifié par chromatographie sur couche mince (CCM).

1. Extraction de l'arôme de vanille (25 minutes conseillées)

1.1. L'objectif est de séparer l'arôme de vanille du saccharose dans un échantillon de sucre aromatisé. Parmi les solvants proposés dans les informations mises à disposition, indiquer les deux solvants à sélectionner pour procéder à une extraction liquide-liquide. Justifier précisément les choix opérés.

Solvant servant à solubiliser le sucre aromatisé :

Nom et formule de la molécule	Vanilline	Éthylvanilline	Saccharose
Solubilité dans l'eau	Faible	Faible	Élevée
Solubilité dans l'éthanol	Élevée	Élevée	Faible
Solubilité dans le cyclohexane	Élevée	Élevée	Insoluble
Solubilité dans l'éthanoate d'éthyle	Élevée	Élevée	Insoluble
Solubilité dans le dichlorométhane	Élevée	Élevée	Insoluble

L'eau est le solvant servant à solubiliser le sucre aromatisé car il est celui dans lequel la solubilité du sucre (saccharose) est élevée.

Solvant extracteur :

Nom et formule de la molécule	Vanilline	Éthylvanilline	Saccharose
Solubilité dans l'eau	Faible	Faible	Élevée
Solubilité dans l'éthanol	Élevée	Élevée	Faible
Solubilité dans le cyclohexane	Élevée	Élevée	Insoluble
Solubilité dans l'éthanoate d'éthyle	Élevée	Élevée	Insoluble
Solubilité dans le dichlorométhane	Élevée	Élevée	Insoluble

Il faut choisir un solvant dans lequel l'arôme de vanille présente une solubilité élevée, tout en assurant que le sucre (saccharose) y soit insoluble. Parmi les solvants répondant à ces critères, on trouve le cyclohexane, l'éthanoate d'éthyle et le dichlorométhane.

SOLVANT	Éthanol	Cyclohexane	Dichlorométhane	Éthanoate d'éthyle
Pictogramme sécurité				
Densité	0,78	0,78	1,3	0,92
Miscibilité dans le solvant eau	Totale	Non miscible	Non miscible	Non miscible

De plus, le cyclohexane, l'éthanoate d'éthyle et le dichlorométhane sont non miscibles à l'eau.

Pour faire un choix, il convient de privilégier le solvant le moins dangereux et le plus respectueux de l'environnement.
Étant donné que le cyclohexane et le dichlorométhane sont cancérogènes, l'éthanoate d'éthyle est retenu comme le solvant extracteur.

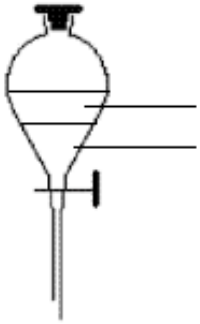
APPEL n°1		
	Appeler le professeur pour lui présenter les solvants choisis ou en cas de difficulté	

On donne le protocole suivant pour extraire de l'arôme de vanille du sucre aromatisé :

- peser 3,5 g de sucre aromatisé et les verser dans un erlenmeyer ;
- ajouter dans l'erlenmeyer 20 mL du solvant choisi pour solubiliser le sucre et agiter jusqu'à dissolution complète ;
- extraire l'arôme de vanille avec 10 mL du solvant extracteur à l'aide d'une ampoule à décanter ; pour cela :
    - verser le contenu de l'erlenmeyer dans l'ampoule à décanter ;
    - y introduire les 10 mL du solvant extracteur ;
    - agiter l'ampoule à décanter en prenant soin de dégazer.

1.2 Quelle verrerie doit être utilisée pour prélever les différents liquides ? Justifier la réponse.
Pour prélever les 20 mL du solvant choisi pour solubiliser le sucre, une éprouvette graduée est utilisée, car une grande précision n'est pas requise pour ce prélèvement.
De même, pour prélever les 10 mL du solvant extracteur, une éprouvette graduée est également appropriée, car une grande précision n'est pas requise pour ce prélèvement.
Mettre en œuvre le protocole d'extraction de la page précédente. A faire expérimentalement.

1.3 Compléter le schéma de l'ampoule à décanter ci-dessous en précisant la nature des phases et les espèces chimiques présentes dans chacune d'elles. Justifier la position relative des deux phases.



Éthanoate d'éthyle + Vanilline/Éthylvanilline

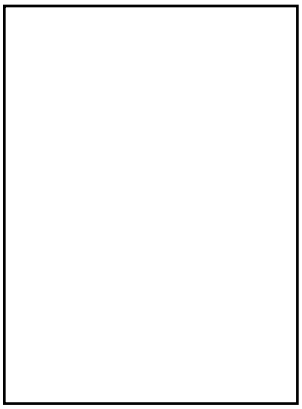
Eau + sucre (saccharose)

La vanilline (et/ou l'éthylvanilline) est(sont) dissoute(s) dans l'éthanoate d'éthyle. Le sucre est dissout dans l'eau. La densité de l'éthanoate d'éthyle (0,92) est inférieure à celle de l'eau (1,00). C'est pourquoi la phase organique contenant l'éthanoate d'éthyle est au-dessus de la phase aqueuse.

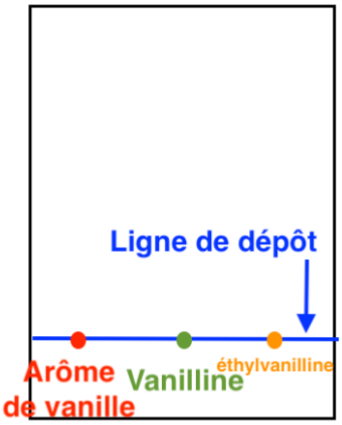
Récupérer dans un bécher la phase contenant l'arôme de vanille. A faire expérimentalement.

2. Identification par CCM (35 minutes conseillées)

2.1. Représenter sur le schéma ci-dessous la ligne de dépôt et la nature des dépôts à effectuer afin d'identifier la nature de l'arôme de vanille.



Plaque de CCM



Plaque de CCM

APPEL n°2		
	Appeler le professeur pour lui présenter les dépôts à réaliser ou en cas de difficulté	

Mettre en œuvre le protocole de chromatographie sur couche mince suivant :

- préparer la plaque de CCM ;
- introduire la plaque dans la cuve à chromatographie contenant l'éluant (mélange de cyclohexane et d'éthanoate d'éthyle de proportion en volume 50/50) en veillant à respecter toutes les précautions nécessaires.

A faire expérimentalement.

Pendant ce temps, répondre aux questions ci-dessous.

2.2. Indiquer quelles précautions ont été prises lors de la mise en œuvre de ce protocole.

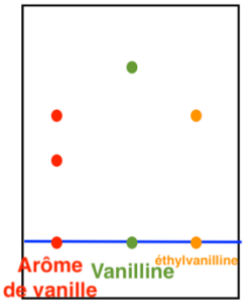
L'éthanoate d'éthyle est inflammable, il faut l'éloignée de toute source de chaleur et des flammes.
L'éthanoate d'éthyle est nocive, il faut éviter tout contact avec ce produit : port d'une blouse, de gants et de lunettes de protection. Il faut travailler sous hotte pour éviter les vapeurs.

Identification

- Sortir la plaque avec la pince et marquer immédiatement la ligne de front au crayon.
- Révéler sous une lampe UV : entourer immédiatement les taches et repérer la hauteur d'élution de chaque tache.

A faire expérimentalement.
2.3 Représenter sur le schéma de la question 2.1 le chromatogramme obtenu après élution.

A faire expérimentalement. Ce chromatogramme obtenu après élution est un exemple



Plaque de CCM

APPEL n°3		
	Appeler le professeur pour lui présenter la plaque après révélation ou en cas de difficulté	

2.4. Exploitation du chromatogramme

Conclure sur la nature des espèces présentes dans le sucre aromatisé à la vanille. Une justification qualitative et une justification quantitative sont attendues.

Justification qualitative : Une tâche de l'arôme de vanille migre au même niveau que celle de l'éthylvanilline, indiquant que l'arôme de vanille contient de l'éthylvanilline. Aucune tâche ne correspond au niveau de la vanilline, ce qui signifie que l'arôme de vanille ne contient pas de vanilline. Par ailleurs, le dépôt de l'arôme révèle plusieurs tâches disposées verticalement, ce qui indique que l'arôme de vanille est un mélange de plusieurs espèces chimiques.

Justification quantitative : Il faut de calculer le rapport frontal (Rf) de chaque tâche observée avec les valeurs expérimentales et les comparer à celle données par le sujet page 2.

Ranger la paillasse avant de quitter la salle.