

Analyse	Noms – Prénoms :	2MC - App
TP 10	Dosage Spectrophotométrique de la Vanilline dans un produit alimentaire	Date du Tp :

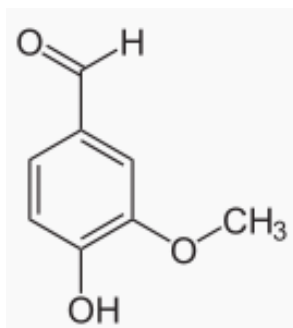
GÉNÉRALITÉS :

Le sucre vanillé est un indémodable pour réaliser des préparations gourmandes. En pâtisserie, le sucre blanc et le sucre cassonade sont parfumés grâce à de l'extrait de vanille. Pour les plus gastronomes, c'est l'extrait de vanille pure, gratté à même la gousse de vanille, qui est ajouté pour sucrer le lait, les oeufs ou les crèmes. **Le sucre vanillé** se trouve facilement dans le commerce. Il est le plus souvent conditionné en sachets de 7,5 g. En effet, très peu de sucre vanillé suffit pour obtenir une préparation agréablement parfumée.

Le sucre vanillé a en général une teinte ambrée due à la coloration de la vanille. Mais en fonction de la qualité du sucre et de l'extrait de vanille utilisé, cette teinte peut varier. Plus le sucre vanillé est clair et moins il est parfumé. La vanille est une épice dont la gousse s'utilise séchée.

Sur l'étiquette du sachet de sucre vanillé, il est précisé l'information suivante : « **4 % en masse de gousse de vanille** ». On souhaite vérifier cette indication, sachant qu'**un gramme de gousse de vanille peut contenir de 5 à 25 mg de vanilline**, cela revient à vérifier que l'on obtienne une **teneur comprise entre 0,2 et 1,0 mg/g**.

La **vanilline** est un aldéhyde aromatique naturel qui se développe dans les gousses de vanille lors de la préparation de celles-ci comme épice. On l'utilise pour faire des arômes naturels



Le but de l'expérience dans cette partie est de déterminer la quantité en masse de vanilline dans un sachet commercial de sucre vanillé. La méthode des ajouts dosés se révèle ici très intéressante en raison de la complexité de la matrice ainsi que de l'absence d'informations sur celle-ci.

1/ PRÉPARATION DE LA SOLUTION MÈRE F_0 :

☞ **Dans un bécher de 100 mL**, introduire environ exactement 10 mg de vanilline pure et environ 80 mL de soude. Mettre sous agitation, et lorsque la dissolution est complète, transférer dans une fiole de 100 mL. Compléter jusqu'au trait de jauge avec de la soude. Cette solution sera appelée F_0 .

Analyse	Noms – Prénoms :	2MC - App
TP 10	Dosage Spectrophotométrique de la Vanilline dans un produit alimentaire	Date du Tp :

2/ PRÉPARATION ET MESURE DES SOLUTIONS FILLES DANS LE CADRE DE LA DROITE D'ÉTALONNAGE :

☞ Préparer 5 solutions filles de concentration en Vanilline par dilutions successives de la solution mère F_0 , préparée précédemment, dans des fioles de 20 mL.

Vous remplirez un tableau du type de celui indiqué ci-dessous :

Solutions filles F_i	Concentration C_i (mg.L ⁻¹)	V(F_0) (μL)	V _{soude} (mL)
F_1		0	Qsp soude
F_2		200	
F_3		400	
F_4		600	
F_5		800	
F_6		1000	

Tableau 1. Récapitulatif des concentrations des solutions F_1 à F_6 et de leur mode de préparation à partir de F_0

☞ Réaliser le spectre de la solution F_6 entre 300 et 400 nm, en **mode Wavescan** pour déterminer la longueur d'onde de travail.

☞ Réaliser la droite d'étalonnage directement sur le libra en **mode Quantification (prévoir une cuve supplémentaire pour la référence (blanc) du spectrophotomètre)**. Pour cela utiliser la notice fournie directement sur le spectrophotomètre. Ne pas imprimer tout de suite !

3/ PRÉPARATION ET MESURE DE L'ÉCHANTILLON ET DE L'ÉTALON DE CONTRÔLE

☞ **Préparation de l'échantillon de sucre vanillé** : Dans un bécher de 50 mL, introduire environ exactement 200 mg de sucre vanillé et environ 40 mL de soude. Mettre sous agitation, et lorsque la dissolution est complète, transférer dans une fiole de 50 mL. Compléter jusqu'au trait de jauge avec de la soude.

☞ **Préparation de l'étalon de contrôle** : Préparer une fiole CQ de 20 mL, en utilisant $V(F_0) = 500 \mu\text{L}$.

☞ Réaliser 2 fois la mesure sur l'échantillon de sucre vanillé et 1 fois la mesure de l'étalon de contrôle.

☞ Lorsque tous les résultats sont à l'écran, **imprimer**.

Analyse	Noms – Prénoms :	2MC - App
TP 10	Dosage Spectrophotométrique de la Vanilline dans un produit alimentaire	Date du Tp :

RAPPORT

Mode opératoire dans le cas de l'utilisation de la méthode de la droite d'étalonnage

1/ Préparation des solutions mères F_0

- On obtient une solution mère F_0 dont vous donnerez la concentration massique exacte C_0 .
- Donner la concentration de référence $C_{\text{réf}}$.

2/ Préparation et mesure des solutions filles

Remplir le tableau ci-dessous :

Solutions filles F_i	Concentration C_i (mg.L ⁻¹)	$V(F_0)$ (μL)	V_{soude} (mL)
F_1		0	Qsp soude
F_2		200	
F_3		400	
F_4		600	
F_5		800	
F_6		1000	

Tableau 1. Récapitulatif des concentrations des solutions F_1 à F_6 et de leur mode de préparation à partir de F_0

Analyse	Noms – Prénoms :	2MC - App
TP 10	Dosage Spectrophotométrique de la Vanilline dans un produit alimentaire	Date du Tp :

Indiquer la longueur d'onde de travail : $\lambda_{\text{vanilline}} =$

Imprimer le spectre de la Vanilline

Imprimer la droite d'étalonnage $A = f(C)$

- Relever la concentration de l'étalon de contrôle (inconnue-connue) C_{EQ} et rechercher si la valeur (C_{EQ}) est comprise dans l'intervalle d'acceptabilité, soit $C_{\text{ref}} \pm 10 \%$.
- En déduire, grâce à la droite d'étalonnage, les concentrations en Vanilline pour l'échantillon de sucre Vanillé, C_1 et C_2 , puis vérifier la compatibilité métrologique en répétabilité des deux essais à l'aide de l'annexe métrologique. ($S_r = 0,01 \text{ mg/L}$).

Analyse	Noms – Prénoms :	2MC - App
TP 10	Dosage Spectrophotométrique de la Vanilline dans un produit alimentaire	Date du Tp :

- En déduire finalement la quantité en masse de Vanilline par gramme de vanille. Vous exprimerez le résultat comme indiqué dans l'annexe métrologique. Donner alors la concentration en Vanilline retenue ($u_c = 0,04 \text{ mg/g}$).
- Vérifier l'indication : « 4 % en masse de gousse de vanille » (Cf p. 1).

Conclusion

- Conclure sur la conformité du produit.