

QUEL EST CE COLORANT ALIMENTAIRE ?**BUT**

Etudier le colorant vert du sirop de menthe par chromatographie d'une part sur colonne, d'autre part sur papier. Lors de la chromatographie sur papier, l'influence de la nature de l'éluant sera étudiée

MANIPULATION**1) Chromatographie sur colonne**

On se propose de séparer les colorants d'un sirop de menthe : les solvants utilisés entraînent à des vitesses différentes les divers colorants d'un sirop de menthe.

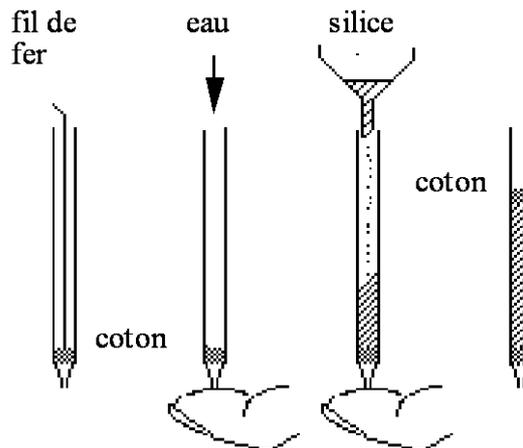
a) préparation de la colonne

+ Enfoncer délicatement un morceau de coton de verre sans le tasser.

+ Remplir le tube avec un peu d'eau et boucher la partie effilée avec le doigt. La colonne ne doit pas contenir de bulles d'air.

+ Remplir au trois quart avec la poudre de silice en versant successivement un peu d'eau, un peu de silice, un peu d'eau, un peu de silice, etc

+ Enfoncer un morceau de coton sans le tasser et fixer la colonne sur un support de façon à ce qu'elle reste verticale. Le niveau d'eau s'ajuste quand on retire le doigt de la partie effilée.

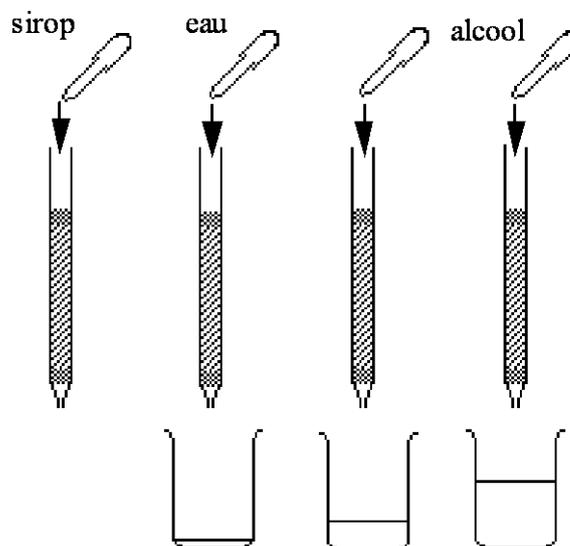
**b) utilisation de la colonne**

+ Placer un bécher ou un pilulier sous la colonne et avec une pipette ou avec un compte gouttes, verser deux gouttes de sirop de menthe.

+ Remplir immédiatement la colonne avec de l'eau à ras bord.

+ Sitôt le premier colorant récupéré au bas de la colonne, remplacer le récipient sous la colonne par un autre pour récupérer le deuxième colorant

+ Verser alors de l'alcool pour récupérer le deuxième colorant.



Il est indispensable que pendant les opérations de séparation, le niveau de liquide (eau ou alcool) soit maintenu au sommet de la colonne

Pour la suite, 6 groupes font le 2) chromatographie sur papier et 2 groupes, le 3) chromatographie sur plaque

2) Chromatographie sur papier**a) récupération du colorant du sirop de menthe**

+ Dans un bécher, placer un brin de 20 cm de laine écrue (c'est à dire non colorée) ; on peut aussi décolorer un brin de laine après une ébullition douce dans une solution d'ammoniaque ($\approx 0,1 \text{ mol.L}^{-1}$)

+ Verser environ 40 mL de sirop de menthe et 5 mL de solution d'acide éthanoïque environ molaire (ou de vinaigre)

+ Porter à ébullition pendant une dizaine de minutes en remuant la laine avec un agitateur en verre

+ Une fois le brin de laine bien imprégné, le sortir du bécher et le rincer à l'eau

+ Placer ensuite le brin de laine dans un bécher contenant environ 20 mL de solution d'ammoniaque ($\approx 0,1 \text{ mol.L}^{-1}$)

+ Porter l'ensemble à ébullition douce pendant une dizaine de minutes

+ Retirer le brin de laine et continuer l'ébullition pour concentrer la solution de colorant. Soit S, la solution obtenue.

b) chromatographie

- + Découper dans une feuille de papier Whatman (ou de papier filtre) une bande de 10 cm de large et de 10-12 cm de haut.
- + Tracer au crayon de papier une ligne à 1 cm du bord inférieur et sur cette ligne 3 petites croix séparées de 2-3 cm entre elles et des bords
- + Sur chacune des croix, placer avec un capillaire ou un pic apéritif un dépôt de la solution S de la partie 1, et respectivement des solutions de jaune de tartrazine et de bleu patenté et sécher avec un sèche cheveu
- + Faire un cylindre avec le papier et attacher les deux extrémités par des agrafes (éviter que les bords ne se chevauchent)
- + Dans un bécher de 250 mL large, verser sur environ un demi centimètre de hauteur l'un des éluants suivants :

(chaque groupe traite un éluant)

éluant	composition
1	eau pure
2	éthanol à 95°
3	éthanol/eau dans le rapport 50/50 en volume
4	eau salée à 20 g.L ⁻¹
5	eau salée à 100 g.L ⁻¹
6	éthanol à 95°/eau salée à 40 g.L ⁻¹ dans le rapport 50/50 en volume

- + Placer le papier dans le bécher en évitant que celui-ci ne touche les parois
 - + Faire l'élution
 - + Récupérer puis sécher le chromatogramme.
- Conclure sur le choix de l'éluant

c) analyse des colorants du sirop de menthe

α) étude de la solubilité

(manipulations réalisées par le professeur ou par un groupe devant les autres et analysées collectivement)

- + Réaliser un mélange intime des deux colorants en poudre à parts égales
- + Faire deux parts de ce mélange que l'on place dans deux béchers
- + Dans chaque bécher, verser respectivement de l'eau et dans l'autre de l'alcool à 95 °

QUESTIONS

- 1) Quelle est la couleur de la solution dans chaque bécher ?
- 2) Que peut-on en conclure de la solubilité de chaque colorant respectivement dans l'eau et dans l'alcool ?

+ Réaliser deux solutions aqueuses saturées respectivement de jaune de tartrazine et de bleu patenté (travailler sur des petites quantités, par exemple dans des tubes à essai en plaçant 5 mL d'eau et versant le colorant solide avec une spatule jusqu'à saturation)

- + Séparer chaque solution saturée en deux parties égales dans des tubes à essai
- + Dans un tube correspondant à chaque colorant, verser avec une spatule du chlorure de sodium solide. Observations ?
- + Pour chaque colorant, comparer les couleurs de la solution saturée et de la solution avec le chlorure de sodium.

QUESTIONS

- 3) Que peut on déduire de cette manipulation quant aux solubilités de chaque colorant dans l'eau salée ?
- 4) Les déductions sont-elles cohérentes avec l'éluant le plus performant observé supra ?

β) étude de la structure

Le sirop de menthe contient du bleu patenté V, E 131, généralement fourni sous la forme de sel calcique et du jaune de tartrazine, E 102, généralement fourni sous forme de sel trisodique dont les structures sont les suivantes :

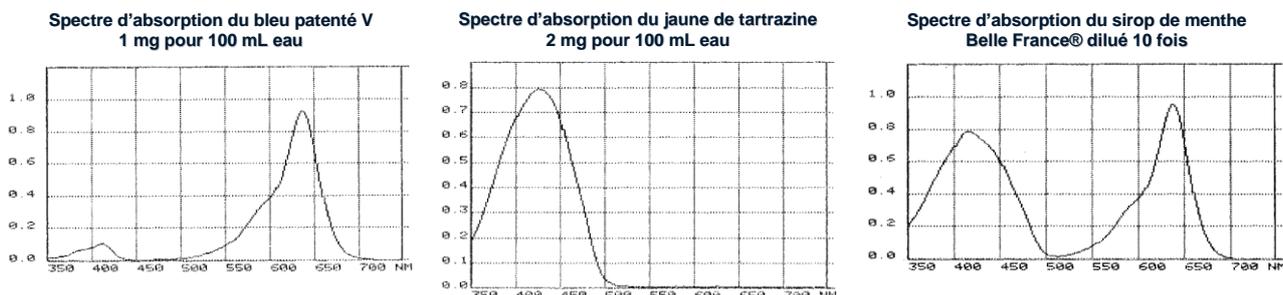
Jaune de tartrazine (E102)	Bleu patenté V (E131)
<p>sel trisodique de l'acide (sulfo-4' phénylazo-1')-4 (sulfo-4 phényl)-1 hydroxy-5 pyrazolecarboxylique-3</p>	<p>sel calcique ou sodique du sel interne hydroxyde de N-éthyl N-[(diéthylamino-4 phényl) (hydroxy-5 disulfo-2,4 phényl) méthylène]-4 cyclohexadiène-2,5 ylidène-11 éthaneaminium</p>

QUESTIONS

- 5) Interpréter la solubilité de ces deux colorants dans l'eau.
- 6) Rappeler la définition d'une solution saturée.
- 7) En simplifiant la formule de chaque colorant respectivement sous la forme $\text{Na}_3(\text{Tar})$ (pour le jaune de tartrazine) et $\text{Ca}(\text{Pat})_2$ (pour le bleu patenté), écrire pour chaque colorant, l'équation correspondant à l'équilibre de saturation.
- 8) Quelle est alors la relation (pour chaque colorant) vérifiée par les concentrations des espèces ioniques concernées ?
- 9) Interpréter l'observation faite lors de l'ajout de chlorure de sodium à la solution saturée de jaune de tartrazine. (On étudiera la modification du quotient de réaction due à l'introduction du chlorure de sodium et sa conséquence sur l'évolution de la réaction dont l'équation est étudiée dans la question 7)

γ) étude de l'absorption optique des colorants

On étudie au spectrophotomètre le spectre d'absorption respectivement de la solution de jaune de tartrazine, de bleu patenté et de la solution S (colorant de la menthe). Soient les spectres suivants :



QUESTIONS

- 10) Le spectre du sirop de menthe est-il cohérent avec les observations des manipulations de chromatographie ?
- 11) Quelles sont les valeurs de longueur d'onde du maximum d'absorption pour chaque colorant ?
- 12) A quelle couleur du spectre visible correspond respectivement ces valeurs de longueur d'onde ?
- 13) Ces couleurs sont-elles cohérentes avec les couleurs de chacun des colorants ?
- 14) On se propose de doser les quantités respectives de bleu patenté et de jaune de tartrazine dans le sirop de menthe par un dosage spectrophotométrique par étalonnage.
 - a) Rappeler le principe d'un dosage par étalonnage spectrophotométrique et le protocole à suivre.
 - b) Pour doser le bleu patenté, à quelle valeur de longueur d'onde faut-il se placer et pourquoi ?
 - c) Pour doser le jaune de tartrazine :
 - à quelle longueur d'onde faut-il, **a priori**, se placer ?
 - compte tenu du spectre du bleu patenté à cette longueur d'onde, quel est l'inconvénient de choisir cette valeur de longueur d'onde ?
 - Proposer une solution pour pallier cet inconvénient en précisant ses limites.

3) chromatographie sur plaque (CCM)

Il est possible de réaliser d'autres extractions du même type, impliquant également l'extraction de la laine. On se propose de faire la chromatographie des colorants concernant une confiserie les « Fraises Tagada® ».

a) récupération du colorant

Opérer comme pour a) *récupération du colorant du sirop de menthe* en plaçant 5-6 confiseries dans le bécher

b) chromatographie

+ Préparer un bécher avec 0,5 cm de hauteur d'éluant (mélange propan-2-ol/ammoniacque concentré dans le rapport 40/1 en volume et le recouvrir du papier plastifié pour que le bécher se sature en vapeurs d'éluant.

+ Tracer au crayon de papier une ligne à 1 cm du bord inférieur d'une plaque de chromatographie

+ Faire des dépôts sur cette ligne respectivement de :

- i. colorant issu de la manipulation a)
- ii. E 104 : Jaune de quinoléine
- iii. E124 : Rouge cochenille A
- iv. E 129 : Rouge allura AC. (avoir au moins i.. et l'un des colorants !)

+ Sécher au sèche cheveu

+ Placer la plaque dans le bécher et laisser éluer.

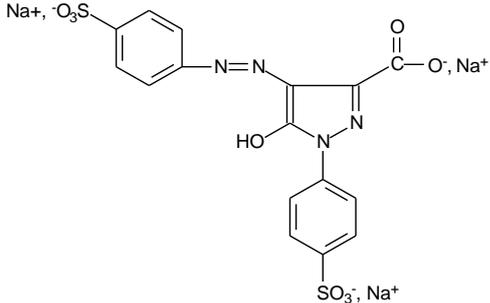
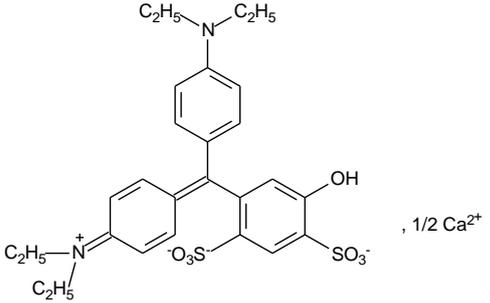
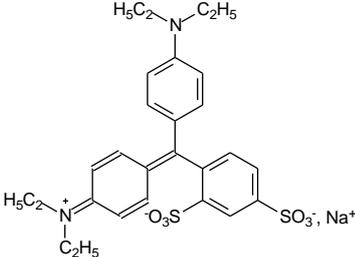
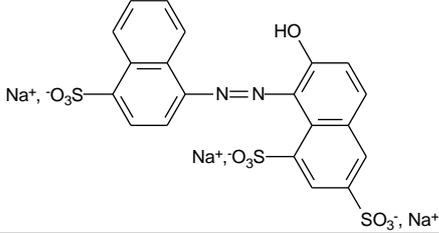
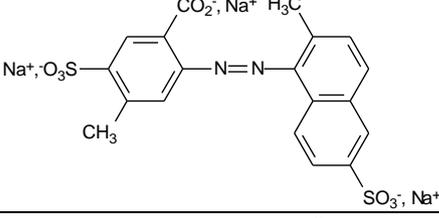
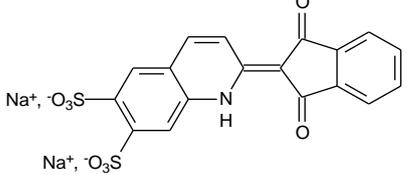
Conclure sur la composition du colorant des « Fraises Tagada® ».

QUEL EST CE COLORANT ALIMENTAIRE ?

Annexe : Informations diverses

Sites incontournables sur les colorants alimentaires : <http://www.lactose.co.uk/milkallergy/foodadditives100.html>
 Ou <http://www.foodag.com/en/additives.htm>
<http://www.gsu.edu/~mstnrhx/edsc84/dye.htm> (possibilités de recherche des structures à partir du nom –anglais !-)
<http://wwwchem.uwimona.edu.jm:1104/lectures/ecode.html>
<http://www.fst.rdg.ac.uk/foodlaw/additive.htm> (structure et correspondance des codes européen Exxx et américain)

Les structures des colorants étudiés :

<i>Jaune de tartrazine (E102)</i>	<i>Bleu patenté V (E131)</i>
	
<p>sel trisodique de l'acide (sulfo-4' phénylazo-1')-4 (sulfo-4 phényl)-1 hydroxy-5 pyrazolecarboxylique-3</p>	<p>sel calcique ou sodique du sel interne hydroxyde de N-éthyl N-[(diéthylamino-4 phényl) (hydroxy-5 disulfo-2,4 phényl) méthylène]-4 cyclohexadiène-2,5 ylidène-11 éthaneaminium</p>
<p><i>Remarque</i> Attention, il existe deux bleus patentés (V et VF) qui n'ont pas la même formule chimique. Bleu patenté VF :</p>	
<p>Rouge cochenille (E 124)</p>	
<p>Rouge allura AC (E 129)</p>	
<p>Jaune de quinoléine (E 104)</p>	

URL d'un excellent applet pour la correspondance spectre ⇔ couleur de solution : <http://www.dartmouth.edu/~chemlab/info/resources/spectrum/spectrum.html>