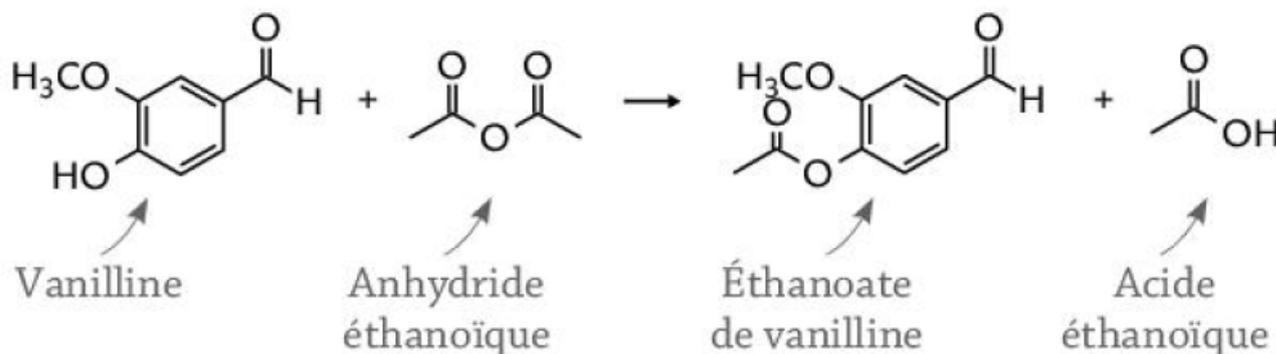


Objectif :

On s'intéresse à l'élaboration de l'acétate de vanilline.

**Document 1 : synthèse de l'éthanoate de vanilline**



**Document 2 : Données relatives à la solubilité**

**vanilline** : soluble dans le dichlorométhane, l'éthanol. Peu soluble dans l'eau (1mg/100 mL)

**ion vanillinate** : Très soluble dans l'eau, pas soluble dans l'éthanol

**acétate de vanilline** : quasi insoluble dans l'eau, soluble dans les solvants organiques

**acide acétique (éthanoïque)** : soluble dans l'eau, l'éthanol, le dichlorométhane.

**Document 3 : caractéristiques**

Composé chimique	Formule brute	Température de fusion (°C)	Rapport frontal (Rf) dans l'acétate d'éthyle	Masse molaire g.mol <sup>-1</sup>	Pictogrammes de sécurité
<b>Vanilline</b>	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> O <sub>3</sub>	81,5	0,52	152	
<b>Éthanoate de vanilline</b>	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>	76,0	0,58	194	

- Q1. Entourer et nommer, les groupes caractéristiques présents dans la vanilline.  
 Q2. Expliquer pourquoi cette réaction est dite sélective.

## 1 ° étape : Synthétiser

- S'équiper de blouse de gants et de lunettes de protection.
- Peser la masse  $m_1 = 3,0$  g de vanilline dans une coupelle de pesée.
- A l'aide d'une éprouvette graduée, mesurer 50 mL d'une solution d'hydroxyde de sodium.
- Dans un erlenmeyer de 250 mL dissoudre la masse prépesée de vanilline dans la solution d'hydroxyde de sodium. ( la vanilline dissoute est jaune )
- Ajouter successivement, en agitant à l'aide d'un barreau aimanté, environ 60 g de glace puis 8 mL d'anhydride acétique. (la solution devient transparente avec un solide blanc lors de l'ajout de l'anhydride acétique)
- Equiper l'erlenmeyer d'un réfrigérant à air
- Laisser agiter une dizaine de minutes.

Q3. Calculer la quantité de matière de vanilline initiale.

Q4. En déduire la masse maximale d'acétate d'éthyle formée.

## 2 ° étape : Isoler

- Filtrer sur Büchner et laver le solide à l'eau glacée. Essorer et sécher.
- Peser la masse  $m_2$  de produit brut obtenu.

Q5. Quel est l'avantage d'une filtration sous vide par rapport à une filtration sous pression atmosphérique ?

Q6. Pourquoi utilise-t-on de l'eau glacée pour laver le produit ?

## 3 ° étape : Purifier

Lors d'une recristallisation, on solubilise le produit et les impuretés dans le minimum de solvant.

- A l'acétate de vanilline obtenu, on ajoute 8 mL d'éthanol.
- Le mélange est chauffé sous agitation magnétique à reflux jusqu'à dissolution complète (si besoin ajouter de l'éthanol.)
- Laisser refroidir lentement

Après avoir chauffé puis refroidi le mélange, le produit brut cristallise alors que les impuretés restent en solution.

- Filtrer sur Büchner, Récupérer le solide obtenu
- Sécher à l'étuve, peser la masse de produit pur sec

Q7. Expliquer succinctement le principe d'une recristallisation. Justifier le choix de l'éthanol comme solvant de recristallisation.

Q8. Pourquoi le refroidissement de la solution doit-il être progressif ?

Q9. Calculer le rendement de la synthèse.

Q10. Pourquoi faut-il introduire le minimum de solvant de recristallisation ?

## 4 ° étape : Caractériser

On souhaite identifier et vérifier la pureté du produit par chromatographie.

On prendra soin de solubiliser les deux solides obtenus dans quelques millilitres d'acétate d'éthyle.

L'éluant est constitué d'un mélange d'éther de pétrole / acétate d'éthyle : 2/1 (en volume).

Q11. Conclure quant à la pureté du produit.

Q12. Que peut-on en déduire pour le rendement calculé à la question 3.

# TP 10 :

## Synthèse

### Professeur :

- Vanilline
- solution d'hydroxyde de sodium de concentration égale à  $2,5 \text{ mol.L}^{-1}$
- éluant constitué d'un mélange éther de pétrole / acétate d'éthyle : 2/1 (en volume).
- Plaques CCM, cure dents
- Vanilline commerciale
- Acétate de vanilline commercial
  
- Au dernier moment Glace + eau glacée

Sous la hotte :

- Anhydride acétique + bécher 150 mL

Au fond de la salle :

- Dispositif de filtration sous vide

### 9 postes:

- balance + coupelle + spatule
- éprouvette graduée 50 mL
- Erlenmeyer 250 mL + réfrigérant à air
- Agitateur magnétique (simple) + turbulent barreau aimanté
- Pipette graduée 10 mL
- éthanol
- Montage de Chauffage à reflux
- Matériel chromatographie ( bécher forme haute + couvercle boîte de petri )
- Erlenmeyer (petit)
- poubelle
-