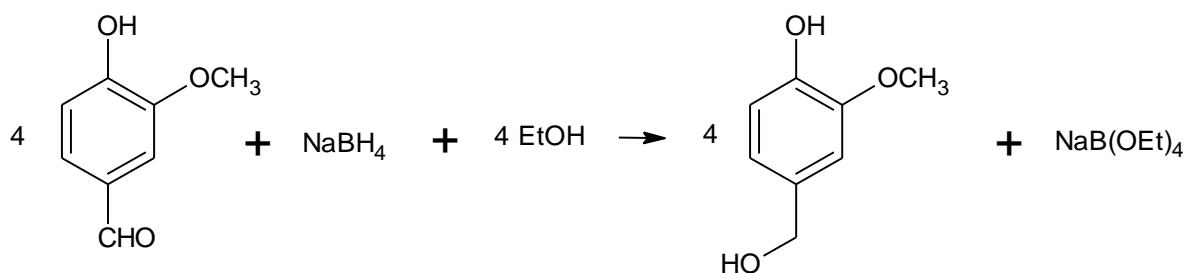


Protocole de synthèse de l'alcool vanillique et analyse du protocole

Protocole de réduction de la vanilline :



- Dans un ballon tricol de 100 mL, muni d'une agitation magnétique, d'un réfrigérant à boules, d'une ampoule de coulée isobare et d'un thermomètre, introduire 4 g de vanilline et 5 mL d'éthanol.
- Après dissolution, refroidir dans un bain d'eau glacée et additionner lentement sous agitation la solution préparée en dissolvant 0,8 g de tétrahydruroborate de sodium dans 5 mL de solution d'hydroxyde de sodium à 1 mol.L⁻¹.
- Ramener le milieu réactionnel à température ambiante et agiter encore 10 min.
- Remettre dans la glace et ajouter 12 mL d'acide chlorhydrique à 2,5 mol.L⁻¹ (on observe un violent dégagement gazeux).
- Laisser cristalliser 10 min dans la glace, filtrer sur büchner et laver avec deux fois 10 mL d'eau glacée.
- Peser, sécher à l'étuve à 80 °C.

Analyse du protocole :

Q8. Quels rôles joue l'éthanol dans cette synthèse ?

Q9. Pourquoi faut-il ajouter lentement la solution de tétrahydruroborate de sodium ?

Q10. Comment aurait-on pu suivre l'avancement de la réaction et s'assurer qu'elle est bien terminée ?

Q11. Quelle est la nature du dégagement gazeux observé lors de l'addition de l'acide chlorhydrique ? Quel est le danger encouru ?

Q12. Commenter la CCM obtenue.




Q13. Justifier le choix de l'éluant utilisé en CCM.

IV. Synthèse

Q14. Rédiger une synthèse des travaux effectués au cours de l'épreuve et des résultats obtenus (maximum : 10 lignes).



Données sur les produits utilisés dans le protocole de synthèse de l'alcool vanillique

	Acétate d'éthyle	Tétrahydruoborate de sodium	Acide chlorhydrique
Formule brute	$C_4H_8O_2$	$NaBH_4$	
Température fusion	- 83,6 °C	400 °C	- 30°C à 37 %
Température ébullition	77,1 °C	500 °C	48°C à 38 %
Point d'éclair	- 4 °C	-	-
Température d'auto - inflammation	427 °C	-	-
Miscibilité à l'eau	Non miscible	Soluble	Soluble
Solubilité de la vanilline	+		Insoluble
Densité	0,90	1,07	1,2
Apparence	liquide incolore	solide blanc	liquide incolore
Données de sécurité	 <p>H225: Liquide et vapeurs très inflammables H319 : Provoque une sévère irritation des yeux H336 : Peut provoquer somnolence ou vertiges L'exposition répétée peut provoquer dessèchement ou gerçures de la peau.</p> <p>P 210, 261, 280, 305, 351, 338, 337, 313</p>	 <p>H260 : Dégage au contact de l'eau des gaz inflammables qui peuvent s'enflammer spontanément. H301+H311 : Toxique par ingestion ou par contact cutané. H314 : Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves.</p> <p>P 280, 303, 361, 353, 301, 330, 331, 305, 351, 338, 310, 402, 404</p>	 <p>H315 : Provoque une irritation cutanée H319 : Provoque une sévère irritation des yeux H335 : Peut irriter les voies respiratoires</p> <p>P261, 280, 302, 352, 305, 351, 338, 312</p>

Données sur l'alcool vanillique

Formule brute	$C_8H_{10}O_3$
Température de fusion	112-115 °C
Température d'ébullition	313 °C
Température d'auto-inflammation	142 °C
Solubilité dans l'eau	insoluble
Densité	1,23