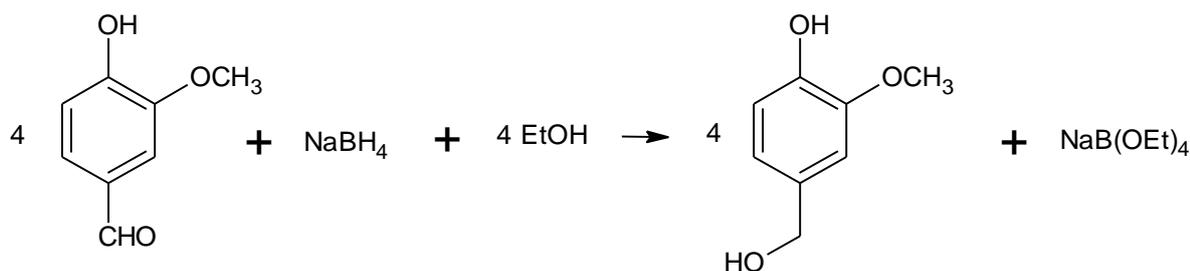


## Protocole de synthèse de l'alcool vanillique et analyse du protocole

### 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<sup>-1</sup>.
- 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<sup>-1</sup> (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	Tétrahydroborate 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	<div style="text-align: center;">  </div> <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>	<div style="text-align: center;">  </div> <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>	<div style="text-align: center;">  </div> <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