

## Correction : Un petit goût de vanille

### 1. Exemple de cahier de laboratoire :

Remarques pertinentes sur le protocole :

- L'ajout de glace permet de limiter les hausses de température (réaction exothermique) et permet de baisser la solubilité du produit dans l'eau.
- Sécurité : manipuler les réactifs (solution d'hydroxyde de sodium et anhydride éthanoïque) avec des gants ; porter des lunettes de sécurité et une blouse fermée.
- Observations :
  - Un solide blanc se forme presque instantanément après l'ajout d'anhydride éthanoïque. Il s'agit de l'éthanoate de vanilline.
  - Le solide est sous forme de poudre. Une recristallisation permettrait sûrement d'obtenir des beaux cristaux.
- Résultats :
  - Masse théorique :  $m_{th} = 1,8$  g car la vanilline est en défaut. La masse obtenue est de 1,0 g. Le rendement est de 56 %. On a eu des pertes lors de la filtration car on observe du solide dans le filtrat. Il aurait fallu refiltrer.
  - CCM : la CCM ne montre pas la présence d'impuretés car on observe une seule tache au niveau du produit synthétisé. Il s'agit bien d'éthanoate de vanilline en comparant avec la référence.
  - Banc Köfler : la mesure du point de fusion du solide obtenu (77 °C) ne montre pas la présence d'impuretés.

2.b. Il s'agit de la famille des esters.

3.

- Isolement du solide :
  - Refroidir le milieu réactionnel dans un bain de glace.
  - Filtrer sous pression réduite.
  - Rincer l'erlenmeyer avec le minimum d'eau glacée puis filtrer.
  - Arrêter l'aspiration, ajouter le minimum d'eau glacée et triturer le solide.
  - Remettre en route l'aspiration puis récupérer le solide lorsque le liquide ne s'écoule plus.
  - Mettre le solide à l'étuve pour éliminer les dernières traces de solvant.
- Caractérisation du solide :
  - Mesure de la température de fusion du solide à l'aide d'un banc Köfler étalonné.
  - CCM : dissoudre les solides dans de l'acétate d'éthyle (qui est un des constituants de l'éluant), effectuer les dépôts sur la plaque à CCM et éluer.
  - Révéler la plaque sous UV. On dépose le produit synthétisé, une référence et la vanilline (tout est en solution dans l'acétate d'éthyle).
- Il est possible de recristalliser le solide dans de l'éthanol à 95° (gratter avec une tige en verre le fond du ballon pour favoriser l'apparition des premiers cristaux).

4. Synthèse : montage à reflux ; isolement : filtration, lavages et séchage ; caractérisation : CCM et mesure de la température de fusion ; purification : non effectuée.