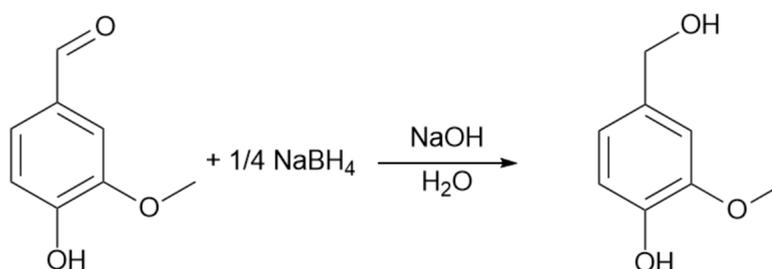


TP 3 : Synthèse organique

Réduction de la vanilline par le tétrahydroborate de sodium

I Description

La vanilline est un produit naturel présent sous forme de glucovanilline dans les gousses du vanillier, une variété d'orchidées. Les gousses deviennent noires et aromatiques après une longue période d'exposition au soleil au cours de laquelle elles mûrissent puis séchent. Dans cette activité expérimentale, on se propose d'étudier une méthode de réduction de la vanilline en alcool vanillique selon le bilan suivant :



II Protocole

Dans un ballon bicol de 100 mL, introduire environ exactement 4,0 g de vanilline et ajouter 25 mL de soude à $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. Adapter une ampoule de coulée et réaliser un montage à reflux. Agiter jusqu'à l'obtention d'une suspension homogène et refroidir le milieu réactionnel à l'aide d'un bain de glace. Ajouter, par petites portions (en 3 fois), 0,8 g de borohydrure de sodium. Une fois l'addition terminée, retirer le bain de glace et laisser sous agitation à température ambiante pendant 30 minutes. Refroidir ensuite à 0°C et ajouter goutte à goutte environ 30 mL d'acide chlorhydrique de concentration à $3,0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. Vérifier que le pH final obtenu est environ 1. Filtrer sur Büchner le solide et le laver avec de l'eau glacée. Sécher le produit entre 2 feuilles de papier filtre et le peser. Sécher le produit à l'étuve et le peser à nouveau. Réaliser une CCM avec un mélange 50/50 cyclohexane/acétate d'éthyle. Déterminer le point de fusion du produit obtenu.

III Questions

- 1) Déterminer les quantités de matières engagées et préciser le réactif limitant.
- 2) Schématiser le montage utilisé et préciser son utilité.
- 3) Préciser l'utilité du solvant.
- 4) Analyser les caractérisations effectuées.
- 5) Déterminer le rendement de la synthèse.

IV Fiches toxicologiques

<p>Vanilline</p> <p>H319 Solide blanc cassé à l'odeur sucrée $M = 152,15 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d = 1,06$ $T_f = 81 - 84 \text{ }^\circ\text{C}$ $T_E = 170 \text{ }^\circ\text{C}$</p>	
<p>Alcool vanillique</p> <p>H315, H319, H335 Solide beige inodore $M = 154,2 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $T_f = 113 - 115 \text{ }^\circ\text{C}$ $T_E = 313 \text{ }^\circ\text{C}$</p>	
<p>Cyclohexane</p> <p>H225, H304, H315, H336, H410 Liquide incolore, volatil d'odeur âcre. $M = 84,26 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d = 0,78$ $T_f = 7 \text{ }^\circ\text{C}$ $T_E = 81 \text{ }^\circ\text{C}$</p>	
<p>Tétrahydroborate de sodium NaBH_4</p> <p>H260, H301, H314, H360FD Solide blanc cristallin inodore $M = 37,8 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d = 1,07$ $T_f = > 360 \text{ }^\circ\text{C}$</p>	
<p>Solution d'hydroxyde de sodium</p> <p>H314 Solution incolore et inodore $M = 40,0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ T_E qui dépend de la concentration Densité qui dépend de la concentration</p>	
<p>Acide chlorhydrique concentré</p> <p>H314, H335 Liquide incolore à jaune clair à l'odeur piquante $M = 36,46 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d = 1,19$ $T_f = -30 \text{ }^\circ\text{C}$</p>	
<p>Ethanoate d'éthyle</p> <p>H225, H319, H336, EUH066 Liquide incolore et volatil à l'odeur fruitée. $M = 88,12 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d = 0,90$ $T_f = -83 \text{ }^\circ\text{C}$ $T_E = 77 \text{ }^\circ\text{C}$</p>	