

Corrigé TP2 Vanilline

$$1) [HO^-] = \frac{n_{HO^-}}{V_{solution}} = \frac{m_{NaOH}}{M_{NaOH}} \times \frac{d_{solution} \times \rho_{eau}}{m_{solution}} = \frac{10}{40,0} \times \frac{1,11 \times 1,0010^3}{100} = 2,8 \text{ mol} \cdot L^{-1}$$

car 10 g de NaOH dans 100 g de solution pour solution à 10%.

avec $d = \frac{\rho}{\rho_{eau}}$ et $\rho_{eau} = 1,00 \text{ g} \cdot \text{ml}^{-1}$ (ou $1,00 \text{ kg} \cdot L^{-1}$)

$$\begin{aligned} \hookrightarrow 25 \text{ mL de solution introduits dans le ballon} &= n_{HO^-} = [HO^-] \times V \\ &= 2,8 \times 25 \\ &= 70 \text{ mmol} \end{aligned}$$

2)

Réactifs	Etat physique	m (g)	V (mL)	M (g.mol ⁻¹)	d	n (mmol)	Eq
Vanilline	solide	1,5	/	152,1	/	9,9	1
Anhydride acétique	liquide	/	4	102,1	1,08	42	≈ 4
Solde 10%	liquide (solution)	/	25	40,0	1,11	70	≈ 7

⇒ la vanilline est donc le réactif limitant

3) schéma → voir fiche technique

↳ Pas de perte de matière car les vapeurs de solvant (eau ici) sont liquéfiées au contact du réfrigérant à eau et retombent dans le ballon.

4) schéma → voir fiche technique

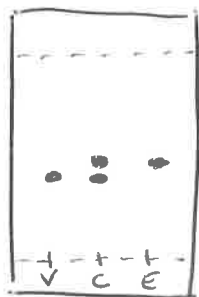
matériel =

- potence + pince trois doigts
- système d'aspiration (pompe ou trompe à eau)
- fiole ≥ vide avec cone en caoutchouc
- entonnoir Büchner. | ou entonnoir en verre filtré.
- papier filtre

5) Spectre A = ester vanillique = absence de bande vibration. de la liaison O-H à 3300 cm⁻¹
 Spectre B = vanilline = présence de " " " " "
 (+ bande de vibration de liaison C=O vers 1700 cm⁻¹ pour les 2)

- 6) Le produit solide est moins soluble dans l'eau à froid donc on minimise la perte de produit lors du lavage avec un solvant froid
- 7) On pèse régulièrement le solide en sortie d'étuve = lorsque la masse ne varie plus, le produit est sec puisqu'il n'y a plus de solvant éliminé

8)



V = Vanilline

→ $R_f = 0,40$

C = co-dépot

E = ester vanillique obtenu → $R_f = 0,52$

⇒ Une seule tache pour l'ester vanillique = il ne reste plus de vanilline dans le solide obtenu.

Révélation UV adaptée car les composés sont conjugués et absorbent les UV à 254 nm donc masquent la fluorescence de la plaque = on voit des taches.

9) solide obtenu après passage à l'étuve = $m = 1,32 \text{ g}$

$$\Rightarrow r = \frac{n_{\text{ester exp}}}{n_{\text{ester max théo}}} = \frac{m_{\text{ester exp}}}{M_{\text{ester}}} \times \frac{1}{n_{\text{vanilline}}} = \frac{1,32}{194,2} \times \frac{1}{9,9 \cdot 10^{-3}} = 0,69$$

↑ car réactif lim avec coef stoechio = 1

⇒ rendement de 69%