

La synthèse de l'éthanoate de vanilline est la première étape permettant l'obtention d'un principe actif destiné au traitement de la maladie d'Alzheimer. Dans cette synthèse, il est nécessaire de protéger le groupe hydroxyle de la vanilline.

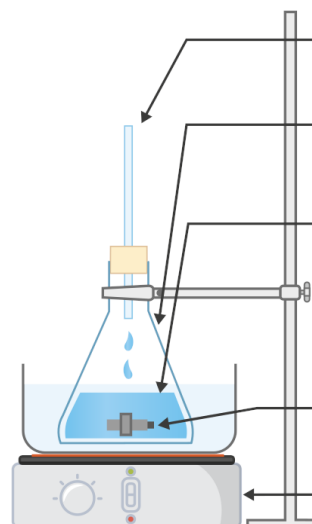
## 1. Manipulation

### 1.1. Obtention du brut réactionnel

#### Synthèse de l'éthanoate de vanilline

- ☑ Dans un erlenmeyer de 250 mL muni d'un barreau aimanté, DISSOUDRE 1,5 g de vanilline dans 25 mL d'une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium telle que  $[\text{HO}^-] = 2,5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ .
- ☑ Tout en agitant, AJOUTER 30 g de glace pilée, puis, avec précaution, 4 mL d'anhydride éthanoïque.
- ☑ ÉQUIPER l'erlenmeyer d'un réfrigérant à air, puis AGITER 10 minutes.

- Légender le schéma du montage.
- Quel est l'intérêt d'utiliser ce montage particulier ?
- Pourquoi ajouter de la glace dans le milieu réactionnel ?
- Décrire le mélange à l'issue de la réaction.



### 1.2. Isolement du composé d'intérêt

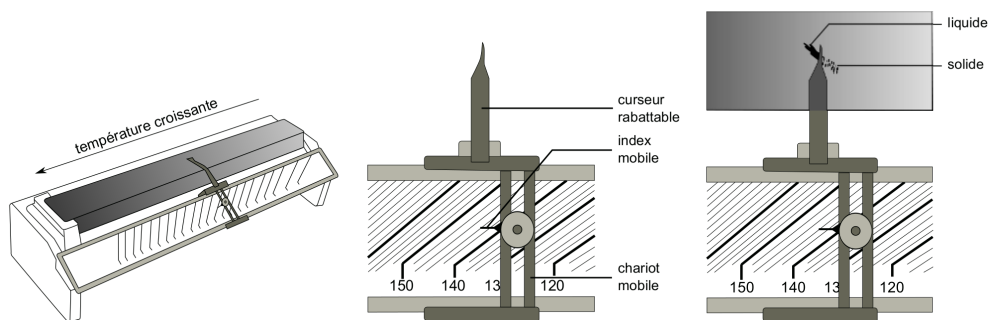
- L'essorage consiste à extraire la partie solide d'un mélange solide-liquide à l'aide d'un filtre Büchner associé à une fiole à vide et à une pompe.
  - ↳ Démarrer l'aspiration et vérifier son bon fonctionnement.
  - ↳ Agiter l'erlenmeyer afin de disperser le solide formé dans le liquide.
  - ↳ Verser le contenu de l'erlenmeyer dans le filtre Büchner préalablement équipé d'un papier filtre. Bien utiliser toute la surface du filtre.
  - ↳ Rincer l'erlenmeyer avec de l'eau distillée glacée.
- Schématiser le montage utilisé.
- Justifier l'utilisation d'eau distillée glacée.
- Donner la composition du solide isolé (3 espèces moléculaires, 3 espèces ioniques, 1 solvant)
- Quelle devraient être les étapes suivantes ?

### 1.3. Rendement

- Recueillir le solide formé dans une boîte de pétri préalablement tarée.
  - ↳ Quelle est la masse de solide obtenu ?
- Définir et calculer le rendement de la synthèse.

### 1.4. Caractérisation du solide

- La mesure de la température de fusion des cristaux permet d'identifier un solide, et de contrôler sa pureté. La présence d'impuretés abaisse la température de fusion.
- Utilisation du banc Kofler
  - ↳ Le banc Kofler est l'appareil de mesure permettant d'estimer une température de fusion. Il s'agit d'une plaque métallique dont la température de surface varie régulièrement de la droite  $\sim 50 \text{ }^\circ\text{C}$  vers la gauche  $\sim 250 \text{ }^\circ\text{C}$ .



↳ En déplaçant lentement de la droite vers la gauche, un échantillon des cristaux à identifier, ceux-ci fondent lorsque la surface de la plaque est la même que la température de fusion. Le banc ayant été étalonné auparavant, on peut mesurer la température de fusion des cristaux.

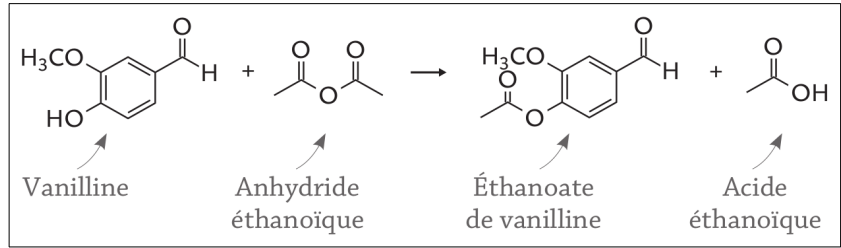
- Quelle autre technique de caractérisation aurait-on pu utiliser ?
- Quelle pourrait être l'éventuelle étape suivante ?

#### Données

	Vanilline	Anhydride éthanóique	Éthanoate de Vanilline	Hydroxyde de sodium
<b>Formules</b>	$C_8H_8O_3$	$C_4H_6O_3$	$C_9H_{10}O_4$	$(Na^+ + HO^-)$
<b>Fusion (° C)</b>	82 °C	*	77 °C	*
<b>Masse molaire (g·mol<sup>-1</sup>)</b>	152,15	102,09	194,18	40
<b>Misc.</b>	*	d = 1,08	Peu soluble à l'eau froide	Solution aqueuse 2,5 mol·L <sup>-1</sup>
<b>Pictogrammes</b>			*	
<b>DANGER : phrases H</b>	Provoque une sévère irritation des yeux.	Liquide et vapeurs inflammables. Nocif en cas d'ingestion. Provoque de graves brûlures de la peau et de graves lésions des yeux. Nocif par inhalation.	N'est pas une substance ni un mélange dangereux conformément à la réglementation européenne.	Peut être corrosif pour les métaux. Provoque des brûlures de la peau et de graves lésions des yeux.

## 2. Modification d'un groupe fonctionnel

- L'équation de la réaction est :



- Les esters

↳ Le remplacement du groupe hydroxyle -OH d'un acide carboxylique par un autre groupe fonctionnel conduit aux dérivés d'acides carboxyliques. Lorsque le groupe est un radical alkyle, l'espèce formée est un ester.

↳ La chaîne portant la double liaison C=O permet la construction du nom.

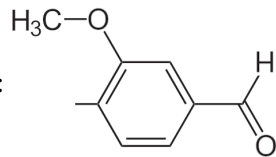
Famille fonctionnelle	Ester
Groupe caractéristique	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ -\text{C} \\ \diagdown \\ \text{O}-\text{C} \end{array}$
Suffixe ou préfixe	... oate de ... yle

- Surligner sur l'équation de la réaction le groupe fonctionnel modifié lors de la manipulation. Justifier le nom du produit formé.

## 3. Analyse du mécanisme

- La synthèse précédente peut également être mise en œuvre en utilisant de l'acide éthanoïque à la place de l'anhydride éthanoïque. Le mécanisme de la réaction est le suivant, où :

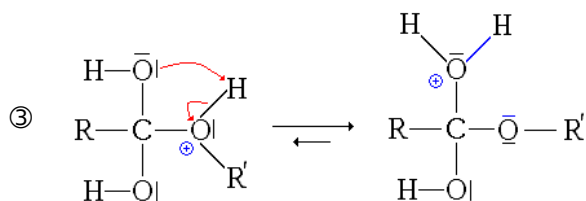
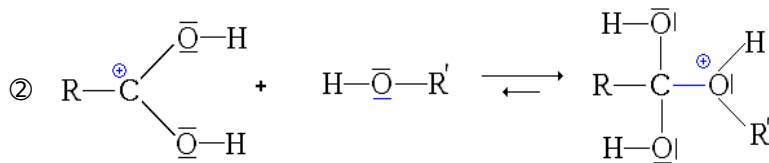
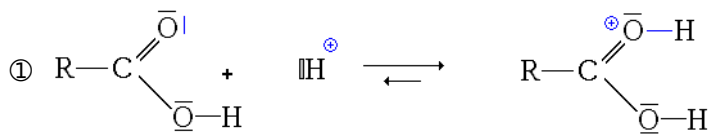
↳ R est le groupe alkyl : H<sub>3</sub>C-

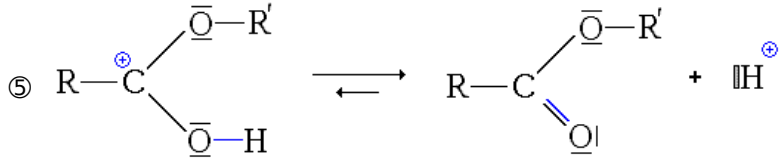
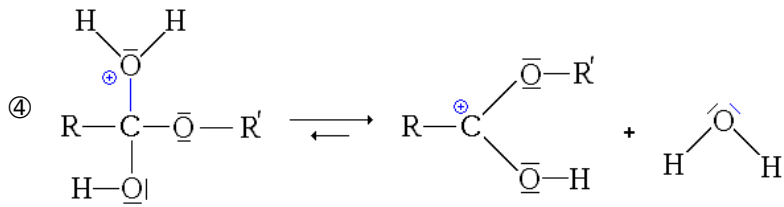


↳ R' est le groupe fonctionnel :

### 3.1. Mouvement des doublets d'électrons

- Repérer les sites nucléophiles et électrophiles mis en jeu à chaque étape
- Ajouter les flèches courbes indiquant les mouvements des doublets d'électrons.





### 3.2. Établir l'équation de la réaction

- Repérer les intermédiaires réactionnels et le catalyseur, puis en déduire l'équation de la réaction.

