



d'extraire 20 g de vanilline et 1 kg de gousses de vanille revient à 200 €. Alors que la vanilline de synthèse revient à 15 € par kg.

1. Déterminer le coût d'1 kg de vanilline extraite de gousses de vanille.
2. Le comparer au coût de la vanilline de synthèse.

Extraction de la vanilline du sucre vanillé

Données (à 25 °C) :

	Eau	Cyclohexane	Ether diéthylique
Formules	H ₂ O	C ₆ H ₁₂	C ₄ H ₁₀ O
Densité	1,0	0,78	0,71
Miscibilité dans l'eau	/	non	oui
Solubilité de la vanilline	-	+	++

3. Indiquer le solvant à utiliser pour extraire la vanilline d'une solution de sucre vanillé dissout dans de l'eau.
4. Schématiser et nommer l'instrument de verrerie utiliser pour réaliser l'extraction et indiquer la position des deux phases et indiquer la phase dans laquelle se trouve la vanilline en fin d'extraction.

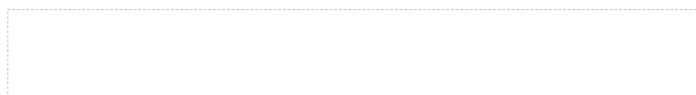
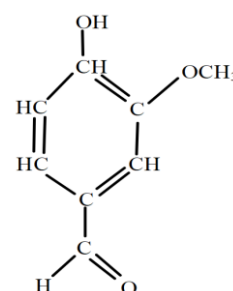
Synthèse de la vanilline

La molécule de vanilline (4-hydroxy-3-méthoxybenzaldéhyde) est représentée ci- contre.

La synthèse de la vanilline se fait en plusieurs étapes. Nous allons étudier la première étape c'est-à-dire la synthèse de l'acétate d'isoeugénol à partir de l'isoeugénol.

Mode opératoire :

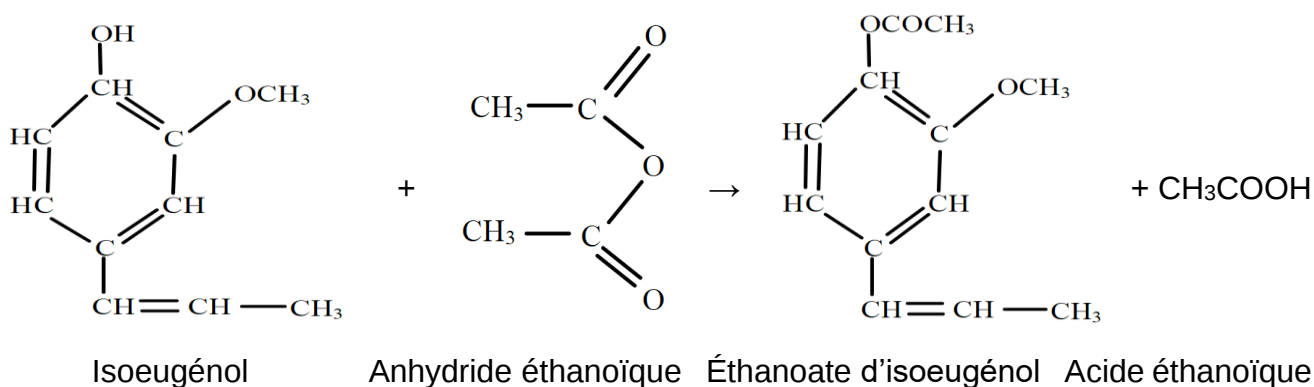
- Dans un ballon de 250 mL, introduire 10 g d'isoeugénol, 20 mL d'anhydride éthanoïque et quelques gouttes de catalyseur.
- Chauffer en utilisant un montage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 30 minutes.
- Refroidir jusqu'à température ambiante.
- Verser le contenu du ballon dans un bécher contenant 30 mL d'eau glacée, tout en agitant.





- Filtrer et laver les cristaux formés avec de l'eau glacée.

La transformation est totale et l'équation de la réaction modélisant cette transformation est la suivante :



Données à 25 °C :

Espèce chimique	Masse molaire moléculaire (g.mol ⁻¹)	Quelques propriétés
Isoeugénol	164	Densité $d = 1,06$; Nocif en cas d'ingestion et irritant pour les yeux, les voies respiratoires et la peau.
Éthanoate d'isoeugénol	205	Température de Fusion $T_{\text{fusion}} = 80\text{ °C}$; Soluble dans la plupart des solvants organiques et insoluble dans l'eau glacée
Anhydride éthanoïque	102	Densité $d = 1,08$; Corrosif, inflammable, provoque des brûlures. Peut réagir violemment avec l'eau.

- Reproduire la molécule de vanilline puis entourer et nommer les groupes caractéristiques.
- Schématiser et légender le montage à reflux de la synthèse.
- Expliquer le rôle du montage à reflux.
- Indiquer les règles de sécurité à respecter pour réaliser cette synthèse.
- Vérifier, par un calcul, que la quantité de matière initiale d'isoeugénol notée n_1 est égale à $6,1 \times 10^{-2}$ mol et que la quantité de matière d'anhydride éthanoïque, notée n_2 est égale à 0,212 mol. Déterminer le réactif limitant.



L'expérimentateur a obtenu 11,3 g de cristaux d'éthanoate d'isoeugénol.

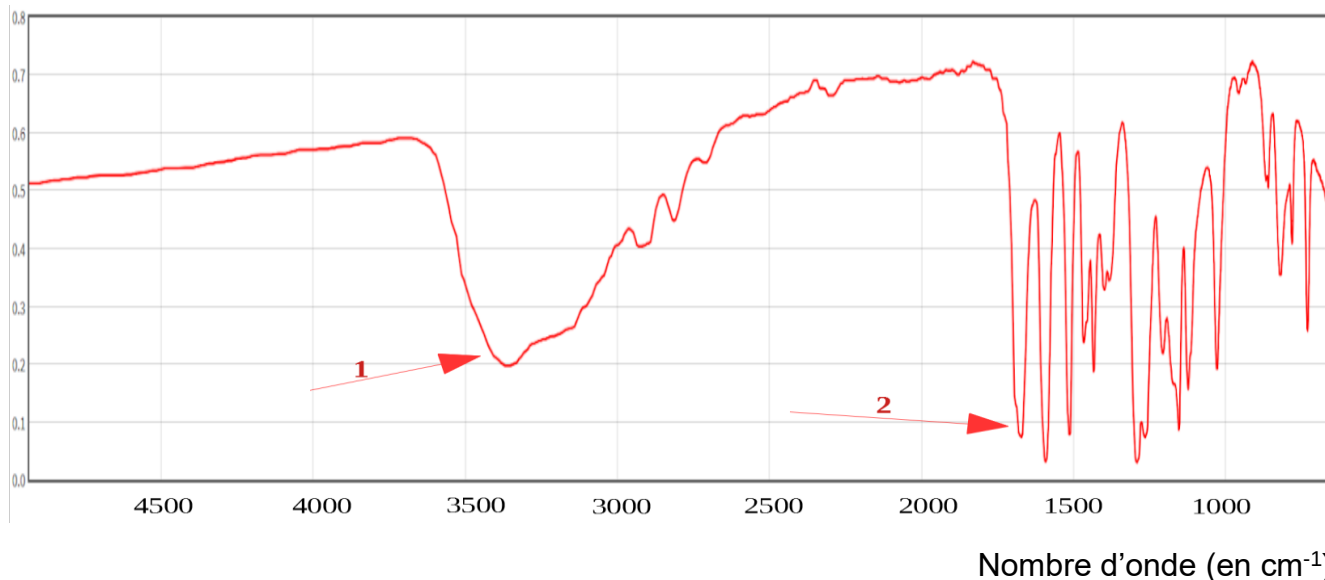
10. Déterminer le rendement de la synthèse. Conclure.

Données: Extrait de table de données

Liaison	Nombre d'onde (en cm^{-1})	Intensité
C = O des aldéhydes aromatique	1650 - 1725	Forte
N-H	3050 - 3500	Moyenne
C - H de CHO	2700 - 2900	Moyenne
O - H	3100 - 3500	Forte

Pour analyser la molécule finale synthétisée au bout de toutes les étapes, l'expérimentateur réalise le spectre IR ci-dessous :

Transmittance



D'après NIST Mass Spectrometry Data Center, William E. Wallace, director, "Infrared Spectra" dans le **WebBook de Chimie NIST**, Base de Données Standard de Référence NIST Numéro 69

11. Identifier les groupes caractéristiques appartenant aux deux bandes d'absorption 1 et 2 et conclure quant à la synthèse de la molécule de vanilline.

