

SYNTHÈSE DE LA CINNAMONE

Se renseigner au préalable sur les précautions à prendre lors de la manipulation des diverses substances chimiques utilisées dans ce T.P. en consultant attentivement les étiquettes des flacons.

1. PRÉPARATIONS PRÉLIMINAIRES

1.1. Mélange A

- » Dans un erlenmeyer de 250 mL, introduire 6 g de soude en pastilles et 60 mL d'eau.
- » Agiter à l'aide du barreau aimanté et de l'agitateur magnétique jusqu'à complète dissolution et laisser le mélange revenir à température ambiante.

1.2. Mélange B

- » Dans un erlenmeyer de 125 mL, introduire 6 mL de benzaldéhyde, 2 mL de propanone et 10 mL d'éthanol prélevés à l'aide des burettes graduées.
- » Fermer l'rlenmeyer à l'aide d'un bouchon et mélanger pour homogénéiser.

2. RÉACTION DE SYNTHÈSE

2.1. Réalisation du montage

- » Dans le ballon, introduire la totalité du mélange A, 30 mL d'éthanol et le barreau aimanté.
- » Réaliser le montage suivant, décrit de bas en haut : support élévateur, agitateur magnétique, cristallisoir, ballon, réfrigérant à eau. On utilisera le support pour attacher le réfrigérant à une pince.
- » Ajouter de l'eau froide dans le cristallisoir de sorte que le ballon trempe dans l'eau sans faire déborder.
- » Mettre en route l'agitation magnétique et attendre quelques minutes. Faire vérifier le montage.

2.2. Synthèse

- » À l'aide d'une pipette en plastique, introduire, par le haut du réfrigérant, goutte à goutte, la moitié du mélange B de sorte que cette opération dure environ 10 minutes. Veiller à ce que les gouttes tombent dans le ballon et non sur la paroi du réfrigérant. Observer attentivement l'aspect du mélange réactionnel dans le ballon.
- » Attendre environ 10 minutes puis répéter cette opération en ajoutant de la même manière le reste du mélange B. Observer l'évolution du mélange réactionnel et laisser réagir encore 15 minutes au moins.

3. RÉCUPÉRATION, RINÇAGE ET IDENTIFICATION DE LA CINNAMONE

3.1. Filtration sur Büchner

- » Mettre en place le dispositif de filtration sous vide : trompe à eau, fiole à vide et entonnoir de Büchner dans lequel on aura placé un papier filtre au bon format.
- » Mettre en route l'aspiration et verser le contenu du ballon sur l'entonnoir de Büchner muni du papier filtre.
- » Une fois qu'il ne s'écoule plus de liquide, rincer le solide obtenu avec de l'éthanol froid sortant du réfrigérateur et laisser sécher sous aspiration quelques instants.
- » Récupérer le solide dans un morceau de papier filtre, presser et placer le solide dans un pilulier sur lequel seront inscrits vos noms et classe après l'avoir pesé.

3.2. Identification sur le banc Kofler

- » Étaloner le banc Kofler à l'aide d'une référence dont le point de fusion est proche de 115°C.
- » Relever le point de fusion du brut réactionnel grâce au banc Kofler.

4. QUESTIONS SUR LE PROTOCOLE EXPÉRIMENTAL

- 4.1.** Schématiser le montage réalisé pour cette synthèse, l'annoter et lui donner un titre.
- 4.2.** Quels sont les réactifs mis en jeu dans cette synthèse sachant que l'eau et l'éthanol jouent ici le rôle de solvants.
- 4.3.** Expliquer le rôle du réfrigérant et du cristallisoir. Comment appelle-t-on ce type de montage ?
- 4.4.** Le contenu du ballon est-il homogène avant l'ajout du mélange B ?
- 4.5.** Sachant que le point de fusion de la cinnamone est de 113°C, commenter la valeur obtenue avec le brut réactionnel sur le banc Kofler.
- 4.6.** Le brut réactionnel semble-t-il présenter un degré de pureté satisfaisant ?
- 4.7.** Quelles autres investigations expérimentales aurait-on pu mener afin de vérifier la présence de cinnamone et celle d'impuretés dans le brut réactionnel ?
- 4.8.** Par quelle technique serait-il possible de purifier le brut réactionnel afin d'obtenir une cinnamone plus pure ? Proposer un protocole expérimental permettant de réaliser cette opération de purification.
- 4.9.** Déterminer le rendement de cette synthèse en recherchant les formules des réactifs et de la cinnamone, encore appelée dibenzylidèneacétone.