

PURIFICATION DE LA CINNAMONE ET RENDEMENT DE LA SYNTHÈSE

1. ÉTUDE PRÉLIMINAIRE DU BRUT RÉACTIONNEL

La cinnamone synthétisée a été stockée dans des piluliers maintenus ouverts afin de permettre le séchage du solide obtenu lors de la synthèse. Ce produit brut n'est à priori pas très pur (rinçage trop rapide, présence d'impuretés).

- ➡ Mesurer la masse m_1 d'un récipient vide, propre et sec sur une balance de précision.
- ➡ Introduire la cinnamone dans ce récipient et mesurer la masse m_2 du récipient rempli.
- ➡ À l'aide du banc Kofler, déterminer le point de fusion de la cinnamone brute obtenue lors de la synthèse et noter la valeur de sa température de fusion θ_{fus} (brute).

2. RECRISTALLISATION DE LA CINNAMONE

Afin de purifier le produit obtenu lors de la synthèse, on procède à une recristallisation dans l'éthanol. Le principe de la recristallisation repose sur la différence de solubilité, dans le solvant choisi, du produit à purifier et des impuretés qu'il contient.

La cinnamone est très soluble dans l'éthanol chaud alors qu'elle est très peu soluble dans l'éthanol froid. On va donc la dissoudre, dans le **minimum** d'éthanol chaud. On obtient ainsi une solution saturée de cinnamone contenant aussi les impuretés dissoutes. On refroidit ensuite la solution : la cinnamone précipite alors que les impuretés, solubles dans l'éthanol même à froid, restent dans la solution. Une simple filtration sous vide permet de récupérer le solide purifié.

- ➡ Dans un grand erlenmeyer, introduire le solide brut et ajouter, à l'aide d'une éprouvette graduée, un volume d'éthanol à 95% tel qu'il corresponde à 2,5 mL d'éthanol pour un gramme de solide brut.
- ➡ Placer l'erlenmeyer sur un agitateur magnétique chauffant, introduire le barreau aimanté et adapter, avant chauffage, un réfrigérant à air sur l'erlenmeyer.
- ➡ Chauffer doucement le mélange en agitant jusqu'à complète dissolution. Au besoin, ajouter un tout petit peu d'éthanol supplémentaire pour dissoudre le solide.
- ➡ À complète dissolution, arrêter le chauffage et placer l'erlenmeyer sur la paillasse et attendre qu'il soit un peu refroidi.
- ➡ Placer l'erlenmeyer dans un cristallisateur contenant un mélange eau-glace jusqu'à précipitation complète de la cinnamone.
- ➡ Peser une coupelle et noter la valeur de sa masse m_3 .
- ➡ Filtrer la solution sous vide pour récupérer le solide, rincer à l'éthanol froid et introduire les cristaux dans la coupelle que l'on placera à l'étuve, à 80°C aussi longtemps que possible (idéalement, laisser sécher jusqu'à masse constante).
- ➡ Peser alors la coupelle remplie des cristaux secs et noter la masse correspondante m_4 .
- ➡ À l'aide du banc Kofler, déterminer le point de fusion de la cinnamone purifiée obtenue et noter la valeur de sa température de fusion θ_{fus} (pure).

3. EXPLOITATION DES RÉSULTATS

- ➡ Déterminer le rendement brut η_{brut} de la synthèse en détaillant les calculs et le raisonnement.
- ➡ Calculer le rendement η de la synthèse après purification en détaillant les calculs et le raisonnement.
- ➡ Comparer les deux températures de fusion mesurées au banc Kofler et commenter ces résultats sachant que la température de fusion de la cinnamone est d'environ 113°C.
- ➡ Citer d'autres méthodes d'investigation expérimentale qui permettraient de contrôler la pureté du produit obtenu.