

Manipulation 492 : Synthèse partielle de la vanilline

Matériel et produits :

- KMnO_4
- $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- Dichlorométhane
- Acétate d'isogénol
- Céélite
- Solution d'hydrogénosulfite de sodium à 10%
- Sulfate de magnésium anhydre
- Acétate de vanilline
- Ethanol
- HCl à 1M

Protocole :

Synthèse de l'acétate d'eugénol :

Dans un ballon de 500mL, ajouter :

- 3,8g de KMnO_4
- 3,8g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- 100mL d'eau distillée
- 100mL de CH_2Cl_2

Sous agitation magnétique, ajouter environ exactement 2g d'acétate d'isogénol ($m =$) en plusieurs fois

Rincer les parois 5mL d'eau et 5mL de DCM

Agiter pendant 20min

Filtrer la solution sur Büchner (papier filtre + quelques cm de Céélite)

Rincer l'erlenmeyer avec 25mL de DCM et filtrer

Ajouter au filtrat goutte à goutte une solution d'hydrogénosulfite de sodium à 10% jusqu'à décoloration

Séparer les phases

Extraire la phase aqueuse par 2x20mL de DCM

Sécher la phase organique sur sulfate de magnésium anhydre et évaporer le filtrat dans un ballon taré ($m =$)

Faire une CCM

Synthèse de la vanilline :

Dans un ballon de 250mL équipé d'un réfrigérant, introduire :

- 2g d'acétate de vanilline
- 10mL d'EtOH
- 50mL de HCl à 1M

Chauffer à reflux pendant 30min

Refroidir le ballon dans un bain d'eau glacée

Extraire la phase aqueuse par 3x20mL de DCM

Sécher la phase organique sur sulfate de magnésium anhydre et évaporer le solvant dans un ballon taré (m =)

Caractérisation :

CCM (éluant acétate d'éthyle/cyclohexane : 1/1)

IR, RMN