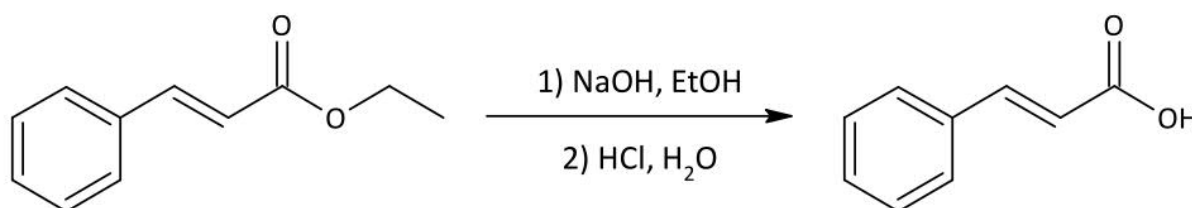


Saponification du cinnamate d'éthyle



Mode opératoire :

Phase 1.

Dans un ballon de réaction, introduire 2 mL de cinnamate d'éthyle et 10 mL d'éthanol. Sous vive agitation, ajouter avec un goutte à goutte rapide 20 mL de solution de soude à 1 mol.L⁻¹ dans l'éthanol. Porter au reflux pendant 40 minutes.

Phase 2.

Laisser refroidir le milieu réactionnel, puis le plonger dans un bain de glace. Ajouter de l'acide chlorhydrique à 1 mol.L⁻¹ jusqu'à obtenir un pH aux alentours de 1 – 2.

Phase 3.

Filtrer et laver le solide sur Büchner, puis recrystalliser le solide dans un solvant éthanol/eau : 1/1 en volume. Filtrer et laver à nouveau sur Büchner, peser le produit obtenu et le placer à l'étuve.

Phase 4.

Faire une CCM du produit obtenu, en le comparant à un échantillon de référence et au réactif de départ, avec un éluant cyclohexane/acétate d'éthyle : 3/1 en volume. On dispose pour la révélation d'une lampe UV. Mesurer la température de fusion du produit au banc Kofler.

Réaliser un spectre IR du produit obtenu

Attendus pendant le TP :

Phase 1 :

Réaliser le montage pour la phase 1. Appeler l'examineur avant d'introduire les réactifs et solvants.

Phase 2 :

Réaliser le montage pour l'addition de l'acide chlorhydrique. Appeler l'examineur avant de commencer l'opération.

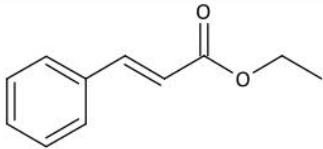
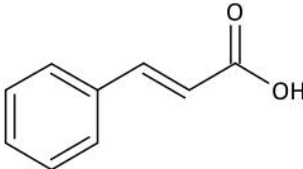
Phase 3 :

Présenter à l'examineur votre choix pour le solvant de lavage (justifier) avant de procéder **devant l'examineur**. Réaliser le montage pour la recrystallisation. Appeler l'examineur avant de commencer l'opération.

Compte rendu :

1.

Remplir le tableau suivant :

Composé	Masse molaire (g.mol ⁻¹)	Quantité introduite (réactif) ou maximale attendue (produit) (g ou mL)	Quantité de matière correspondante (mol)
			
NaOH			
			

2.

Reporter et analyser les résultats obtenus.

3.

Justifier le changement d'allure du milieu lors de l'addition d'acide chlorhydrique en phase 2.

4.

Donner le mécanisme de la réaction de synthèse se produisant pendant la phase 1.

Données sur les réactifs, solvants et produits

Cinnamate d'éthyle (ou (E)-3-phénylprop-2-énoate d'éthyle)

M = 176,21 g.mol⁻¹. Densité : 1,05.

Température de fusion : 7 °C ; température d'ébullition : 271 °C.

Hygiène et sécurité : Aucun danger répertorié

Soude

M = 40,00 g.mol⁻¹.

Hygiène et sécurité :

H290 ; H314

P280 ; P305 + P351 + P338 ; P310



Acide cinnamique (ou acide (E)-3-phénylprop-2-énoïque)

M = 148,16 g.mol⁻¹. Température de fusion : 135 °C .

Hygiène et sécurité :

H315 ; H319 ; H335

P261 ; P305 + P351 + P338



Ethanol absolu

M = 46,07 g.mol⁻¹. Densité : 0,79. Température d'ébullition : 78 °C.

Hygiène et sécurité :

H225 ; H319

P210 ; P280 ; P305 + P351 + P338 ; P337 + P313 ; P403 + P235



Acide chlorhydrique 1 mol.L⁻¹

M = 36,46 g.mol⁻¹.

Hygiène et sécurité :

H290 ; H314 ; H335

P261 ; P280 ; P305 + P351 + P338 ; P310

