

- Déplacer l'index mobile de sorte qu'il indique la température de fusion de l'échantillon → étalonnage OK.
- **Nettoyer la plaque à nouveau puis déterminer précisément la température de fusion de votre produit.**

#### 2.4.3. Chromatographie sur couche mince

- Sur la plaque CCM, à 1 cm du bas, tracer au crayon à papier un trait de dépôt, sans trop appuyer.
- Faire 3 croix sur le trait A, PC, PS.
- Dissoudre une pointe de spatule de 4-aminophénol, paracétamol commercial et votre paracétamol dans 1 mL d'éthanol.
- Faire, à l'aide d'un capillaire, sur les croix, des dépôts respectivement des solutions précédentes.
- Mettre dans la cuve un fond d'éluant [ $\text{CHCl}_3$  (chloroforme) et  $\text{CH}_3\text{OH}$  (méthanol) : 60/40 en volume].
- Introduire la plaque dans la cuve ; refermer.
- **NE PLUS BOUGER LE CUVE.**
- Attendre que le front de l'éluant ait presque atteint le haut de la plaque ; retirer la plaque.
- Révéler le chromatogramme sous la lampe UV, entourer les taches qui apparaissent.

### 3. Questions (toutes les séances)

#### 1. Synthèse

- 1.1. Légendez le schéma du montage du chauffage à reflux.
- 1.2. Quel est l'intérêt du chauffage à reflux ?
- 1.3. Quel est le rôle de l'acide éthanoïque ?
- 1.4. Pourquoi doit-on chauffer le mélange 4-aminophénol/solution d'acide éthanoïque ?

#### 2. Extraction du produit

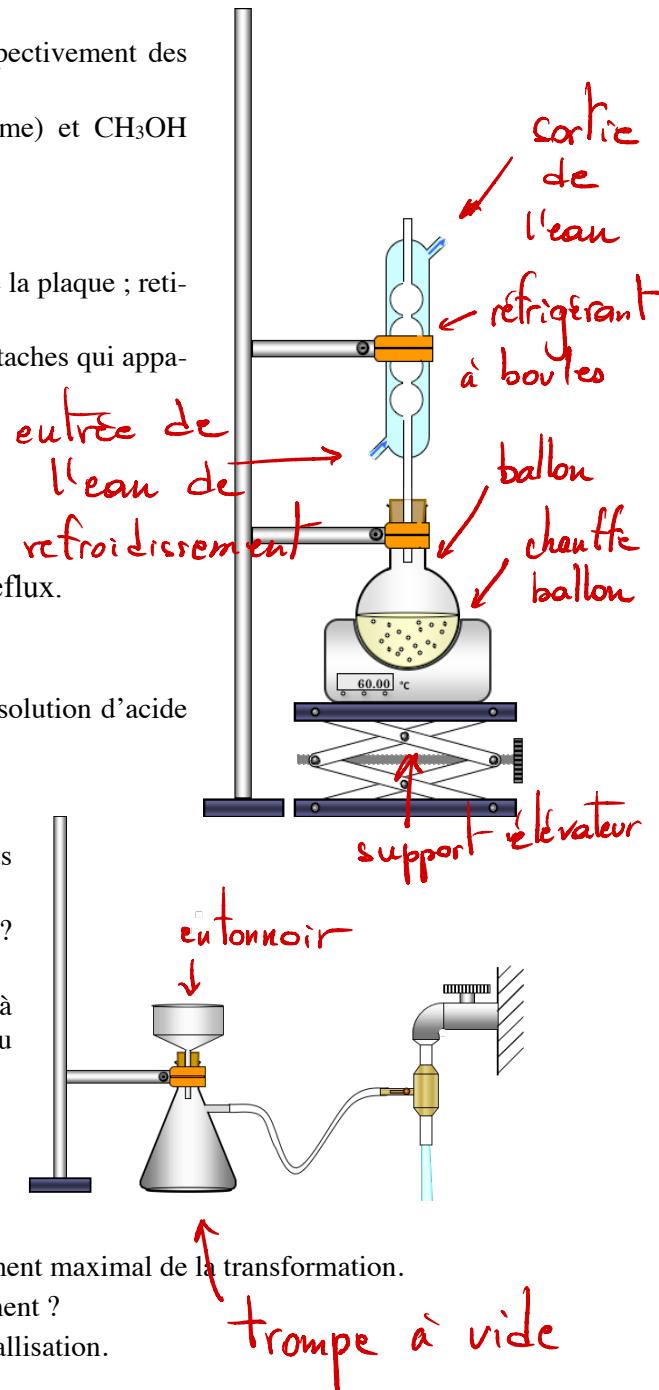
- 2.1. Légendez le schéma du montage pour la filtration sous pression réduite.
- 2.2. Pourquoi ne procède-t-on pas à une filtration simple ? Quel est l'intérêt de la trompe à eau ?
- 2.3. Après la filtration, pourquoi faut-il laver les cristaux à l'eau avec un minimum d'eau ? Pourquoi de l'eau glacée ?

#### 3. Recristallisation et rendement

- 3.1. Quel est le but d'une recristallisation ?
- 3.2. Écrire l'équation de la réaction de synthèse.
- 3.3. À l'aide d'un tableau d'avancement, déterminer l'avancement maximal de la transformation.
- 3.4. En déduire la masse de paracétamol obtenu théoriquement ?
- 3.5. Indiquer la masse de votre produit obtenu après recristallisation.
- 3.6. Définir le rendement.
- 3.7. Calculer le rendement de votre synthèse. Conclure.

#### 4. Identification et pureté

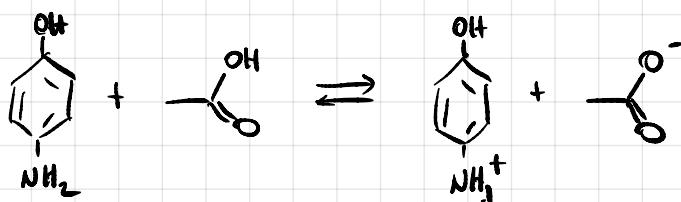
- 4.1. Citer différentes techniques d'identification.
- 4.2. Comparer le résultat de votre température de fusion à la valeur théorique. Conclure.



1.2 Rallonge à reflux → au chauffe de façon à améliorer la cinétique de la réaction (et aussi parfois pour améliorer la solubilité des réactifs si nécessaire) → ou organiser un reflux de façon à ne pas perdre de matière.

1.3 L'acide éthanoïque est utilisé pour améliorer la solubilité du 4-amino phénol dans l'eau

Pas demandé.



La protonation fait apparaître une entité chargée donc soluble dans l'eau.

1.4 On chauffe le mélange acide éthanoïque / 4-amino phénol afin d'améliorer la solubilité de ce dernier dans l'eau et de rendre la réaction ci-dessus possible (pas de réaction possible si les réactifs ne sont pas dans la même phase).

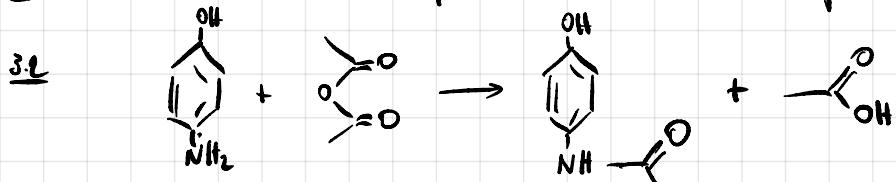
2.2 La filtration sur Buchner est plus efficace que la filtration simple, on peut utiliser des filtres bien plus fins.

La trompe à eau crée une dépression qui "aspire" le filtrat.

2.3 Il faut laver les cristaux car il subsiste des impuretés.

Il faut laver avec un minimum d'eau pour ne pas solubiliser les cristaux. | On ne veut pas perdre de cristaux.  
Il faut laver avec de l'eau froide car cela diminue leur solubilité.

3.1 Recristallisation: l'objectif est de retirer les impuretés emprisonnées dans les cristaux.



3.3  $n(4\text{-aminophénol}) = n_0(4\text{-aminophénol}) - x$   
 $n(\text{anhydride}) = n_0(\text{anhydride}) - x$   
 $n(\text{paracétamol}) = x$

Pour état quelconque du système.

3.4 Quel est le réactif limitant?

$$* n_0(4\text{-aminophénol}) = \frac{m(4\text{-aminophénol})}{M(4\text{-aminophénol})} = \frac{2,8 \text{ g}}{103 \text{ g/mol}} = 2,6 \times 10^{-2} \text{ mol}$$

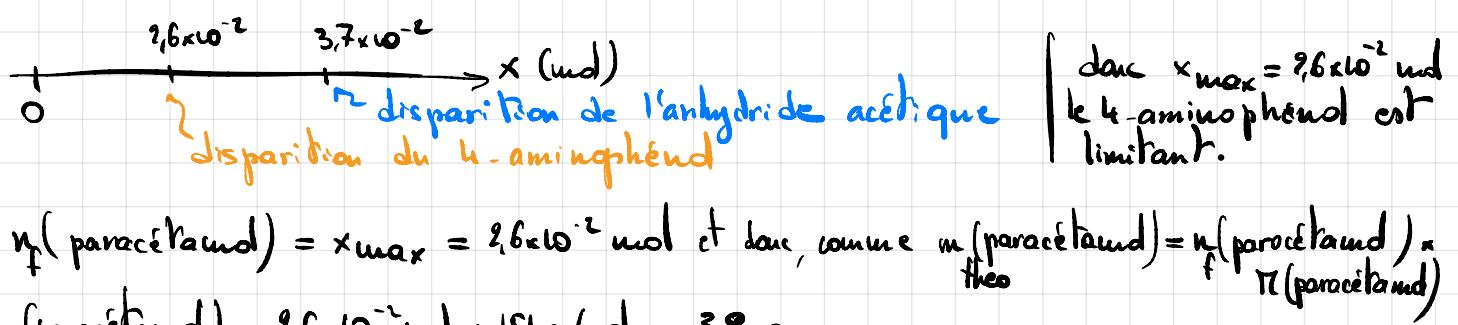
$$n_0(\text{anhydride}) = \frac{m(\text{anhydride})}{M(\text{anhydride})} = \frac{\rho(\text{anhydride}) \times V(\text{anhydride})}{M(\text{anhydride})}$$

$$= \frac{1,08 \times 1,0 \times 10^3 \text{ g/L} \times 3,5 \times 10^{-3} \text{ L}}{102 \text{ g/mol}} = 3,7 \times 10^{-2} \text{ mol}$$

$$* n(4\text{-aminophénol}) \geq 0 \Leftrightarrow n_0(4\text{-aminophénol}) - x \geq 0 \Leftrightarrow x \leq n_0(4\text{-aminophénol})$$

$$\Leftrightarrow x \leq 2,6 \times 10^{-2} \text{ mol}$$

$$n(\text{anhydride}) \geq 0 \Leftrightarrow n_0(\text{anhydride}) - x \geq 0 \Leftrightarrow x \leq n_0(\text{anhydride}) \Leftrightarrow x \leq 3,7 \times 10^{-2} \text{ mol}$$



\*  $n_f(\text{paracétamol}) = x_{max} = 2,6 \times 10^{-2} \text{ mol}$  et donc, comme  $m(\text{paracétamol}) = \frac{n_f(\text{paracétamol})}{M_f(\text{paracétamol})} \cdot M_f(\text{paracétamol}) = 2,6 \times 10^{-2} \text{ mol} \times 151 \text{ g/mol} = 3,9 \text{ g}$

3.5

3.6 Rendement:  $r = \frac{\text{masse produit effectivement obtenu}}{\text{masse produit obtenue si aucune perte (théorique ou expérimentale)}}$

3.7

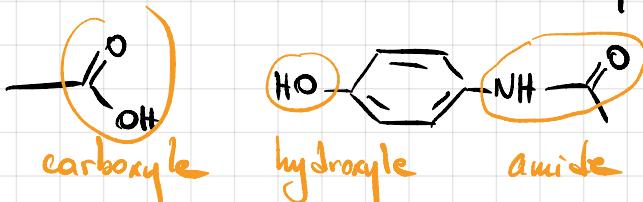
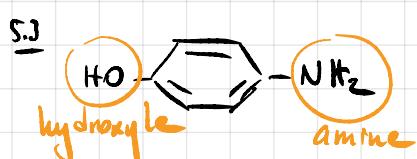
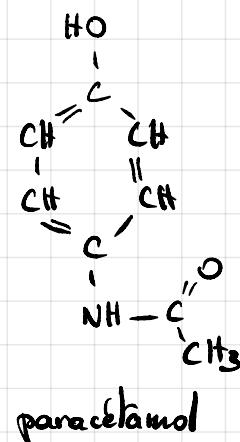
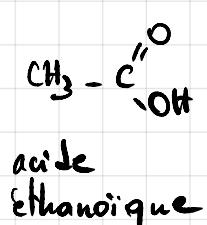
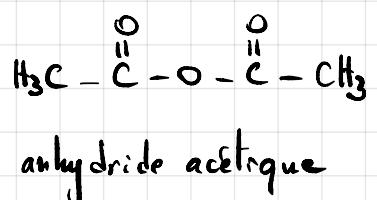
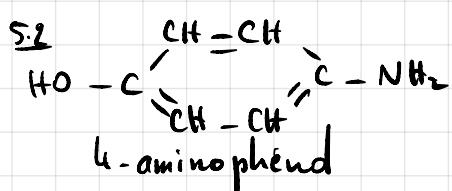
4.1 Identification: CCT ou détermination du point de fusion (au banc Kofler)

4.2

4.3

5.1 4-aminophénol  $C_6H_7NO$  anhydride acétique  $C_4H_6O_3$

acide éthanoïque  $C_2H_4O_2$  paracétamol  $C_9H_9NO_2$



5.4 La réaction est une substitution puisqu'un H du groupe amine est remplacé par la chaîne  $\text{C}=\text{O}$

5.5 sur étoussé

5.6 La réaction entre le 4-aminophénol et l'anhydride acétique est sélective. L'anhydride acétique est un réactif chimio-sélectif. vis à vis du 4-aminophénol.