



Nom : ; prénom : Binôme :

Classe :

TP 11 bis : Identification du paracétamol

Objectif : étudier différentes méthodes de caractérisation d'une espèce chimique.

Contexte : Lors de la précédente séance de TP, nous avons, à priori, synthétisé du para-acétylaminophénol, plus couramment appelé paracétamol.

Il s'agit maintenant de vérifier que la substance obtenue lors de cette synthèse est effectivement du paracétamol et de savoir si elle est pure.

Remarque : Ne pas oublier de peser le produit de la synthèse avant de réaliser la suite des expériences !

Objectifs : - Réaliser une CCM.

- Réaliser un autre test d'identification.

Doc 1 : La chromatographie est une technique qui permet de **séparer** et **d'identifier** les différents constituants d'un mélange. La substance étudiée est déposée sur un support appelé : **phase fixe** ou plaque. Lors de l'élution, la phase mobile, l'**éluant**, entraîne différemment les divers constituants du mélange. Ceux-ci se séparent.

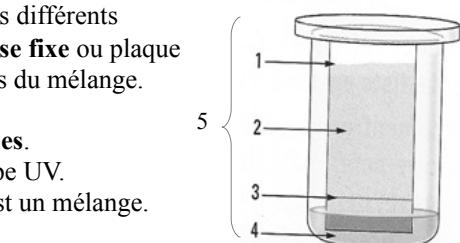
Les tâches qui **migrent à la même hauteur** correspondent aux **mêmes espèces chimiques**.

Des espèces chimiques incolores pourront être repérées en plaçant la plaque sous la lampe UV.

Si on observe une seule tâche au-dessus du dépôt, l'espèce chimique est pure ; sinon c'est un mélange.

Matériel : Pour réaliser une chromatographie sur couche mince (CCM), il faut :

- Une **cuvette à chromatographie** et son couvercle (5)
- Un appelé phase (4)
- Une appelée phase (2)
- Les espèces chimiques à étudier.



Il faut repérer et tracer :

- la ligne de (3)
- le (1)

Doc 2 : solubilités et miscibilités :

Composé	éthanol	eau	éluant
4-aminophénol	très soluble	un peu soluble	soluble
Paracétamol	très soluble	un peu soluble	soluble
éluant	miscible	non miscible	

Partie 1 : S'approprier :

1- Compléter le doc 1 sur la CCM.

2- Rappeler les précautions à prendre lors de la réalisation d'une CCM :

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

3- Quelles espèces chimiques doit-on déposer sur la plaque de la CCM ?

.....
.....
.....
.....

4- Les espèces chimiques à déposer sur la plaque sont des solides. Que doit-on faire pour pouvoir les utiliser ?

.....
.....
.....
.....

Partie 2 : Réaliser (20 min) : Réalisation d'une chromatographie sur couche mince

5- préparation de la cuve à élution :

- ↳ Verser dans le fond de la cuve à chromatographie l'éluant (entre 0,8 et 1 cm en hauteur).
- ↳ Fermer à l'aide d'un couvercle , afin que l'atmosphère de la cuve soit saturée en vapeur d'éluant.

6- réalisation des dépôts :

- ↳ Sur la plaque de silice, tracer au crayon gris une ligne horizontale à 1,5 cm du bas :
- ↳ dissoudre dans 1 ml d'éthanol une pointe de spatule du paracétamol synthétisé.
(idem pour les 2 autres espèces à utiliser si ce n'est pas déjà fait).
- ↳ Déposer sur la plaque, à intervalles réguliers (1 à 2 cm), une goutte de chacun des 3 échantillons à utiliser.

Attention aux précautions rappelées à la question 2.

7- réalisation de la chromatographie

- ↳ Plonger délicatement et bien verticalement dans la cuve à chromatographie la plaque.
- ↳ Attendre quelques minutes, observer :
 - l'éluant monte progressivement sur le papier par capillarité
 - l'éluant entraîne plus ou moins les espèces chimiques dans sa montée : c'est la migration
- ↳ L'éluant étant arrivé à 1 ou 2 cm du haut de la plaque à chromatographie, retirer le délicatement et tracer un trait pour marquer le niveau atteint par l'éluant. Sécher immédiatement la plaque
- ↳ révéler à l'aide d'une lampe UV ($\lambda = 254$ nm).

Partie 3 : analyser et valider (20 min) :

8- Représenter sur la plaque ci-contre vos observations.

9- Interpréter ces résultats.

10- A l'aide du banc Köfler, sur la paillasse professeur, déterminer la température de fusion de votre produit de synthèse. Comparer à sa valeur théorique et conclure.

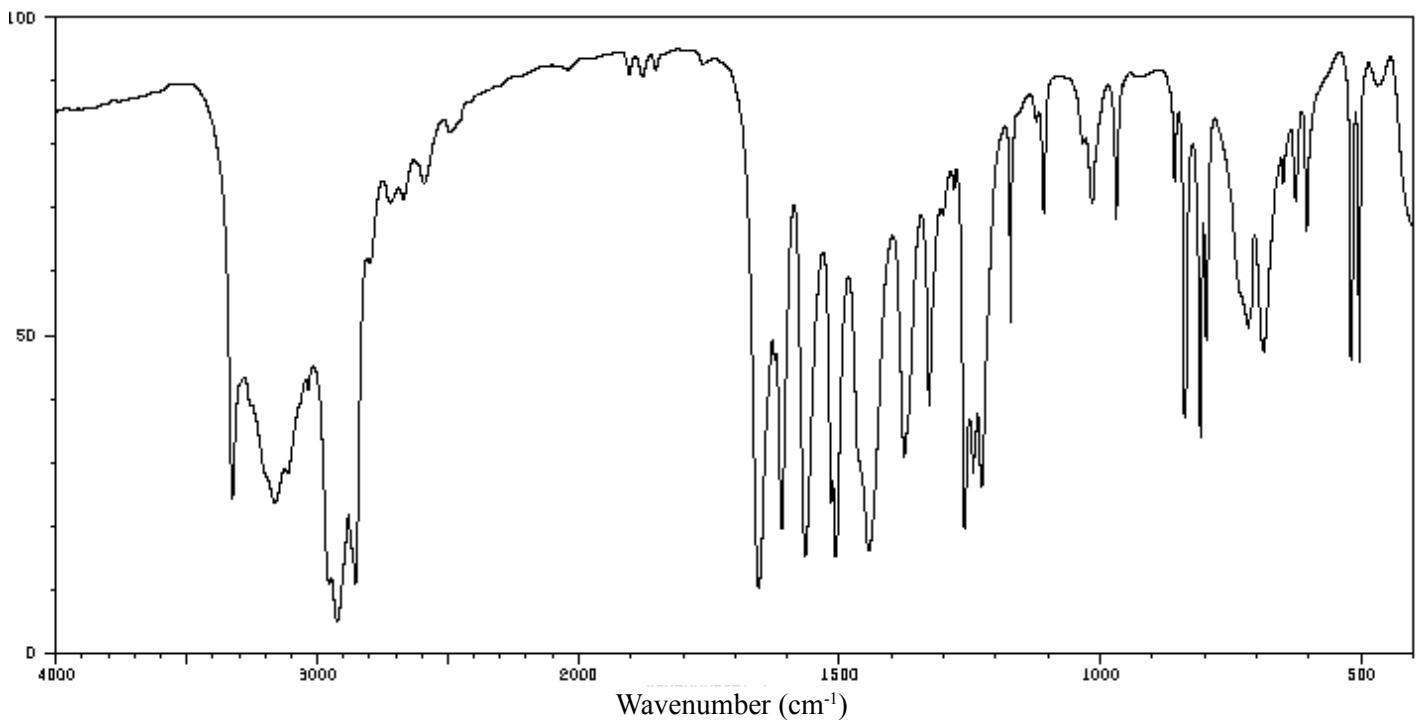
On pourra calculer la précision (ou pourcentage d'erreur) de la détermination de la température de fusion par la formule :

$$\varepsilon = \frac{|T_{\text{expérimentale}} - T_{\text{théorique}}|}{T_{\text{théorique}}} \times 100$$

11- Spectroscopie infrarouge (BONUS)

Les spectres IR du 4-aminophénol et du paracétamol sont fournis en annexe. Indiquer les bandes dont l'apparition ou la disparition permettent d'affirmer que la réaction a bien eu lieu. (Aidez-vous de l'équation de la synthèse indiquée au début du TP 11.)

SPECTRE INFROUGE DU PARACETAMOL



SPECTRE INFROUGE DU 4-AMINOPHENOL

