

• **Phase n°3 :**

Refroidir le mélange réactionnel dans un bain d'eau glacée et attendre la cristallisation complète. Amorcer le cas échéant, la formation du paracétamol solide à l'aide d'un agitateur en verre. Filtrer les cristaux sur Büchner (sous pression réduite). Rincer le solide avec un minimum d'eau glacée, puis le récupérer dans un erlenmeyer.

• **Phase n°4 :**

Dans l'erlenmeyer contenant le solide, introduire au maximum 20 mL d'eau distillée et chauffer le mélange placé sur un agitateur magnétique chauffant jusqu'à dissolution complète du solide. Laisser refroidir lentement jusqu'à l'amorce de la cristallisation, puis la terminer dans un mélange eau-glace. Filtrer sous pression réduite les cristaux obtenus et les récupérer dans une coupelle. Sécher les cristaux dans une étuve à 80 °C, puis peser le solide obtenu.

• **Phase n°5 :**

Éluant : mélange CHCl₃ (chloroforme) et CH₃OH (méthanol) ; 60/40 en volume.

Échantillons :

1 mL d'éluant + une pointe de spatule de 4-aminophénol.

1 mL d'éluant + une pointe de spatule de paracétamol synthétisé et purifié.

1 mL d'éluant + une pointe de spatule de paracétamol du commerce.

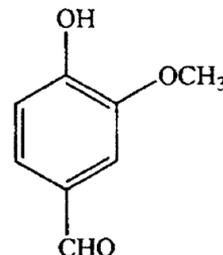
Révélation sous UV ($\lambda = 254$ nm)

6. Analyse du protocole expérimental.

6.1. Donner un nom à chacune des cinq phases du protocole expérimental de synthèse mis en œuvre au laboratoire.

Exercice 3 : Liban 2003

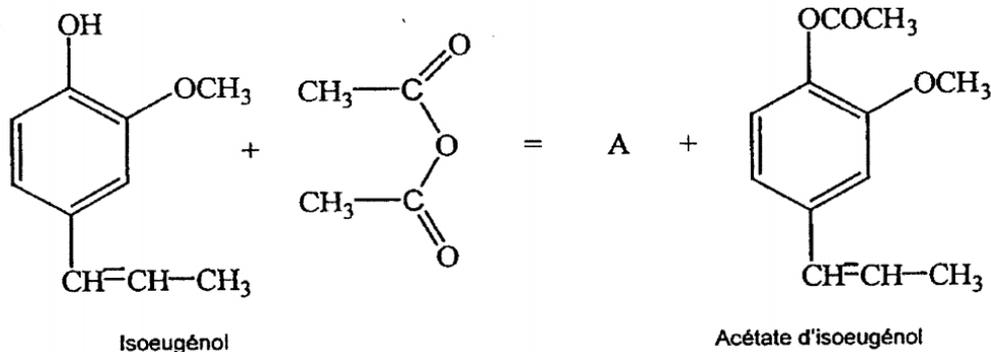
La vanille contient de nombreux composés aromatiques. La note dominante de son parfum est due à la molécule de vanilline (4-hydroxy-3-méthoxybenzaldéhyde) représentée ci-contre. Depuis plus d'un siècle, la vanilline est essentiellement produite artificiellement. Elle est très utilisée en parfumerie.



La synthèse de la vanilline se fait en trois étapes.

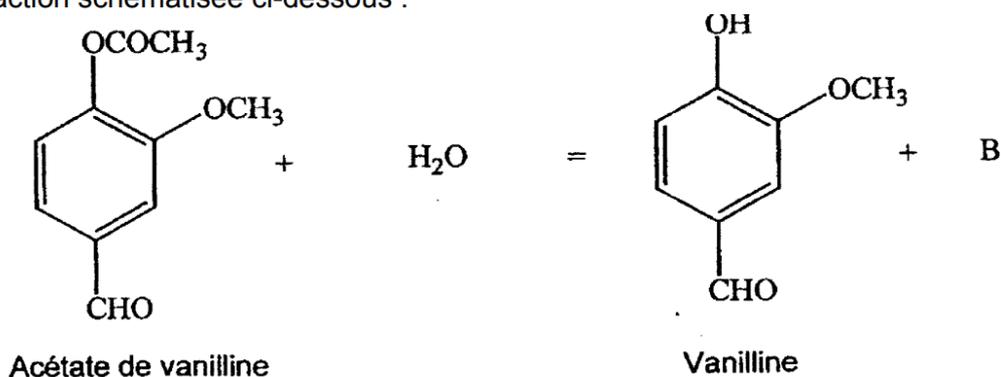
Première étape : synthèse de l'acétate d'isoeugénol à partir de l'isoeugénol.

La réaction est représentée par l'équation suivante :



Deuxième étape : transformation de l'acétate d'isoeugénol en acétate de vanilline.

Troisième étape : obtention de la vanilline par action de l'eau sur l'acétate de vanilline, selon une réaction schématisée ci-dessous :



On se propose d'étudier la première et la dernière étape de ce procédé chimique conduisant à la synthèse de la vanilline.

Les parties A et B sont indépendantes.

Partie A: Première étape : Synthèse de l'acétate d'isoeugénol

Mode opératoire:

- Dans un ballon de 250 mL, introduire 10,0 g d'isoeugénol, 20,0 mL d'anhydride acétique (anhydride éthanoïque) et quelques gouttes d'acide orthophosphorique.
- Chauffer en utilisant un montage à reflux et maintenir une ébullition douce pendant 30 minutes.
- Refroidir jusqu'à température ambiante.
- Verser le contenu du ballon dans un becher contenant 30 mL d'eau glacée, tout en agitant.
- Filtrer sur büchner et laver les cristaux formés avec de l'eau glacée.

1. Quel est le rôle du montage à reflux ?
2. a) Quelles précautions faut-il prendre pour manipuler l'anhydride éthanoïque ?
- 2.b) Pourquoi utilise-t-on l'anhydride éthanoïque à la place de l'acide éthanoïque ?
3. L'acide orthophosphorique est un catalyseur de la synthèse. Quel est son rôle ?
4. Quelle est la formule semi-développée et le nom de l'espèce A qui se forme au cours de la réaction de synthèse étudiée ?
5. Pourquoi verse-t-on le contenu du ballon dans l'eau glacée ?
6. a) Calculer la quantité de matière initiale de chacun des réactifs.
6. b) L'expérimentateur a obtenu 11,3 g de cristaux d'acétate d'isoeugénol. Calculer le rendement de la synthèse.

Partie B: troisième étape: synthèse de la vanilline

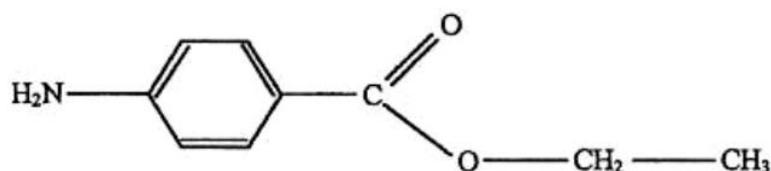
1. Donner le nom et la formule semi-développée de l'espèce chimique B.
2. Quel est le nom donné à cette réaction ?
3. Comment peut-on déplacer l'état d'équilibre du système dans le sens favorable à la synthèse de la vanilline ?

Données:

Espèce chimique	Masse molaire (g.mol ⁻¹)	Quelques propriétés
Isoeugénol	164	d = 1,08 Nocif en cas d'ingestion et irritant pour les yeux, les voies respiratoires et la peau.
Acétate d'isoeugénol	205	T _{fusion} = 80°C Soluble dans la plupart des solvants organiques et insoluble dans l'eau glacée.
Anhydride éthanoïque	102	d = 1,08 Corrosif, inflammable, provoque des brûlures. Réagit avec l'eau.

Exercice 4 : Asie 2006

Dans la suite de l'exercice, la benzocaïne sera notée E, sa formule semi-développée est :



On se propose de préparer la benzocaïne en faisant réagir de l'acide 4-aminobenzoïque, noté ensuite HA et un composé liquide à température ambiante, l'éthanol.

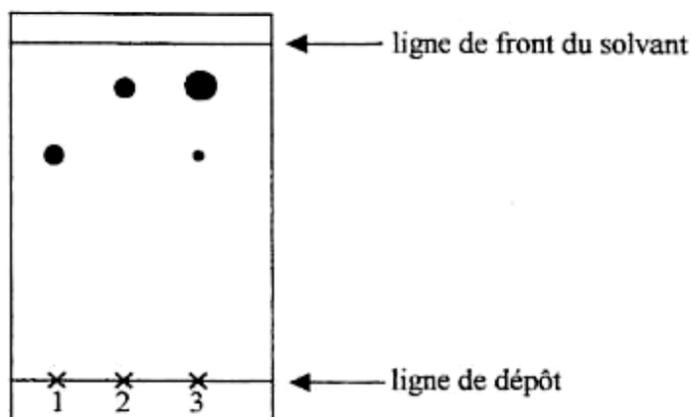
L'équation de la réaction est :

Troisième étape : vérification de la pureté du produit

Afin de vérifier la pureté du produit préparé, on effectue une chromatographie sur couche mince. Tous les échantillons à étudier sont d'abord dissous dans l'éthanol.

- réaliser les dépôts de gauche à droite dans l'ordre suivant : le dépôt 1 correspond à l'acide HA, le dépôt 2 à la benzocaïne pure, le dépôt 3 au solide obtenu à la fin de la deuxième étape ;
- placer la plaque dans une cuve de chromatographie contenant l'éluant ;
- après élution, sortir la plaque, repérer le front de solvant, sécher, révéler sous UV pour repérer les différentes taches.

Le chromatogramme obtenu après révélation est fourni ci-après.



2.3. À propos de la troisième étape.
Le solide synthétisé est-il pur ? Justifier.