

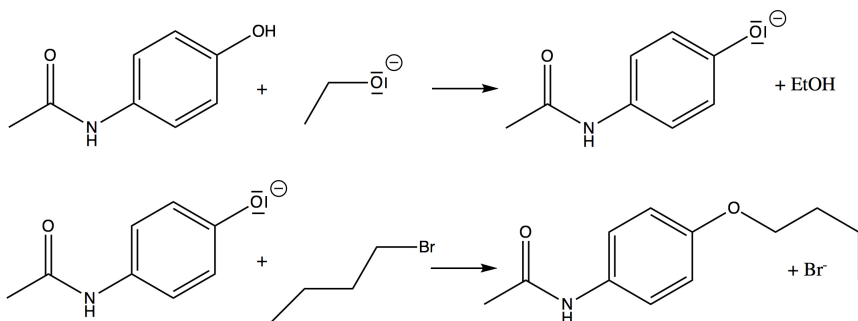
**SYNTHÈSE DE LA N-(4-BUTOXYPHÉNYL)ACÉTAMIDE**  
(SYNTHÈSE DE WILLIAMSON)

## I Données relatives à l'expérience

Nom	$T_{\text{éb}}$	$T_{\text{fus}}$	Masse molaire (g.mol <sup>-1</sup> )	Densité
K	-	63,5°C	39,1	-
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	78°C	-	46,07	0,81
C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> Br	101-103°C	-	137	1,27
Paracétamol (C <sub>8</sub> H <sub>9</sub> NO <sub>2</sub> )	-	170,5°C	151,17	-
N-(4-butoxyphényl) acétamide (C <sub>12</sub> H <sub>17</sub> NO <sub>2</sub> )	-	100-114°C	207,3	-
Acétate d'éthyle	77,1°C	-83,6°C	88,1	0,92
Et <sub>2</sub> O	34,6°C	-	74,12	0,71

La N-(4-butoxyphényl)acétamide se présente sous la forme d'une fine poudre composée de cristaux blancs brillants sans odeur et avec un léger goût amer.

## II La réaction



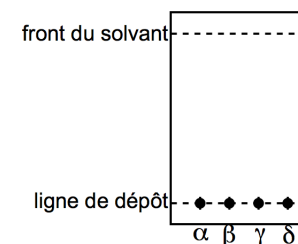
## III Synthèse de la N-(4-butoxyphényl)acétamide

1. Lire la **totalité** du sujet et prévoir comment occuper utilement votre temps pendant les « temps morts ».

2. Construire en totalité un montage de reflux (faites vérifier celui-ci votre professeur) avec un ballon de 100 mL. Éviter toute trace d'eau !
3. Sous la hotte : dans le ballon de 100 mL (posé sur son valet), introduire à l'aide d'une éprouvette graduée 20 mL d'éthanol absolu (attention à ne pas confondre avec l'éthanol à 95°).
4. Attendre votre professeur qui viendra dissoudre dans cet éthanol 1 g de potassium métallique (il ne doit pas y avoir la moindre trace d'eau).
5. Lorsque tout le métal sera dissous, laisser refroidir quelques instants puis ajouter 2,5 g de paracétamol solide à l'aide d'un sabot en plastique ainsi que 3 mL de bromobutane à l'aide d'une éprouvette graduée.
6. Porter au reflux pendant 30 minutes puis baisser le chauffe-ballon et laisser refroidir. Pendant les 30 minutes, préparer le matériel nécessaire à la chromatographie sur couche mince (voir III et VI).
7. Rajouter par petits ajouts successifs environ 30 mL d'eau froide du robinet dans le ballon.
8. Filtrer sur Büchner, laver à l'eau, sécher sur papier filtre : vous avez obtenu la N-(4-butoxyphényl)acétamide brute.

## IV Chromatographie sur couche mince (CCM)

1. Préparer la plaque de CCM en traçant au crayon de papier une ligne à 1 cm du bord inférieur de la plaque de silice (ligne de dépôt). Y déposer à l'aide d'un capillaire, un spot (consulter votre professeur) de chacune des solutions suivantes :



- ▷ solution de 10 mg de paracétamol dans 5 mL d'éthanol absolu  $\rightsquigarrow$  dépôt  $\alpha$  ;
- ▷ votre produit brut (10 mg dans 5 mL d'éthanol absolu de votre réserve)  $\rightsquigarrow$  dépôt  $\beta$  ;

- ▷ place libre pour un autre dépôt éventuel  $\rightsquigarrow$  dépôt  $\gamma$  ;
  - ▷ place libre pour un autre dépôt éventuel  $\rightsquigarrow$  dépôt  $\delta$  .
2. Introduire la plaque dans la cuve contenant l'éluant (déjà prêt à l'usage) et constitué de 10 mL d'un mélange de 85% d'acétate d'éthyle ( $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ ) et 15% d'éther diéthylique ( $\text{Et}_2\text{O}$ ) puis recouvrir d'un couvercle et ne plus rien bouger.
  3. Laisser migrer jusqu'à ce que l'éluant ait atteint le haut de la plaque.
  4. Sécher la plaque à l'air libre sous la hotte et révéler sous la lampe UV à 254 nm.

## V Questions

1. Écrire le mécanisme de la réaction.
2. Calculer le rendement brut de la synthèse.
3. Pourquoi utilise-t-on l'éthanol absolu ?

## VI Annexe : Principe de la chromatographie

La chromatographie est une méthode physique de séparation basée sur les différences d'affinité des substances à analyser vis-à-vis de deux phases, l'une stationnaire ou fixe, l'autre mobile. Dans le cas de la chromatographie sur couche mince (CCM), la phase fixe est un adsorbant solide et la phase mobile est un solvant. Elle repose principalement sur des phénomènes d'adsorption. La phase stationnaire est constituée de silice (ou parfois d'alumine), déposée sous la forme d'un gel sur une plaque de verre, d'aluminium ou de plastique, d'où le terme couche mince. La phase mobile appelée éluant, monte le long de la plaque par capillarité.

1. La phase fixe : l'adsorbant  
L'adsorbant se présente sous la forme d'une couche mince d'oxydes en poudre,

généralement de silice ( $\text{SiO}_2$ , acide) ou d'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , basique) finement divisée, d'épaisseur uniforme, étalée soit sur un support de verre, d'aluminium ou en plastique (plaques à usage unique). La silice, comme l'alumine, sont des composés extrêmement polaires ; les substances polaires seront fortement adsorbées par suite des interactions dipôle-dipôle et les substances peu polaires seront, au contraire, peu retenues par l'adsorbant, donc entraînées par l'éluant. La silice et l'alumine pourront engager avec les substances déposées des liaisons hydrogène. La seule différence entre la silice et l'alumine est de type acido-basique : la silice est acide, elle fixe les bases. L'alumine est plutôt neutre à basique. On évitera donc la silice pour les bases et l'alumine pour les acides.

2. La phase mobile : l'éluant

Les substances à analyser interagissent non seulement avec la phase fixe mais aussi avec la phase mobile. Elles sont plus ou moins entraînées par l'éluant qui met en jeu deux types de forces :

- ◊ La première force, dite force d'éluion, est due à la dissolution c'est-à-dire que les solutés ont tendance à se dissoudre dans l'éluant et à migrer avec lui ;
- ◊ La seconde force, dite force de déplacement, est due à un phénomène de déplacement : les molécules d'éluant cherchent les mêmes sites d'adsorption que les molécules de solutés et déplacent ainsi ces dernières.

Un éluant peu polaire entraîne les substances les moins retenues par l'adsorbant donc les moins polaires. Et une substance polaire, fortement adsorbée sur la phase fixe (polaire) sera donc bien entraînée par un éluant fortement polaire.

L'éluant sera un solvant organique, ou mieux un mélange de solvants organiques, choisi souvent par tâtonnements pour conduire à la meilleure séparation. Le pouvoir éluant d'un solvant est sa capacité à entraîner des substances polaires retenues par l'adsorbant ; d'où le classement suivant :

