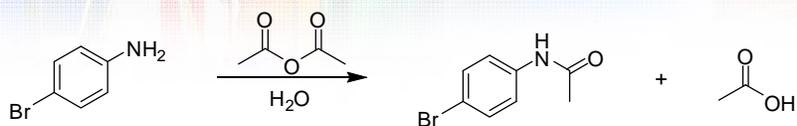


## Synthèse du 4-bromoacétanilide



Matières premières :

*4-Bromoaniline* : 2.5 g

*Anhydride acétique* : 2.5 mL

*Acétate de sodium* : 2.2 g

*Éthanol* : 50 mL

*HCl conc.* : 1.3 mL

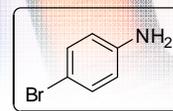
*Charbon activé* : Une pointe de spatule

3

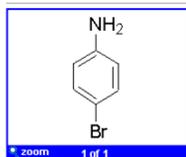
## Synthèse du 4-bromoacétanilide

4-bromoaniline : 2.5 g

Constantes physiques: voir Aldrich



**B2395 4-Bromoaniline**  
Sigma ~98%, crystalline



Molecular Formula BrC6H4NH2  
Molecular Weight 172.02  
CAS Number 106-40-1  
Beilstein Registry 742031  
Number  
MDL number MFCD00007822  
PubChem Substance ID 24891647  
EGEC Number 203-393-9

Masse molaire : 172.02 g/mol

Expand/Collapse All

Price and Availability

Properties

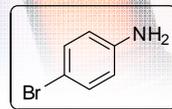
assay ~98%  
form crystalline  
color white to light yellow  
mp 56-62 °C(lit.)

Solide...

4

## Synthèse du 4-bromoacétanilide

4-bromoaniline : 2.5 g



*La pesée :*

- Pèse-tare en plastique (produit non corrosifs)
- Directement dans Erlenmeyer

Importance de la précision?

3 chiffres significatifs (ex. : 2.51 g)

Nettoyer la balance

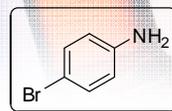
Calculer le nombre de mole :

$$n = \frac{2.51 \text{ g}}{172.02 \text{ g/mol}} = 0.0146 \text{ mol} = 14.6 \text{ mmol}$$

5

## Synthèse du 4-bromoacétanilide

4-bromoaniline : 2.5 g



- Ajout de 50 mL d'eau : cylindre gradué  
→ Quelle drôle d'idée !
- Ajout d'acide concentré : 1.3 mL

Constantes physiques de « HCl » ( $\text{H}_3\text{O}^+ \text{Cl}^-$ ) :

HCl 37% wt signifie 37 g de HCl pour 100 g de solution

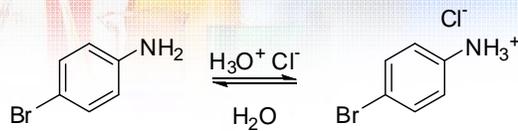
FW = 36.46 g/mol      densité = 1.200

$$c = \frac{37 \text{ g}/36.46 \text{ g/mol}}{100 \text{ ml}/1.2} \times 1000 = 12.17 \text{ M}$$

$$n = 1.3 \text{ mL} \times 12.17 \text{ mol/L} = 15.8 \text{ mmol}$$

6

## Synthèse du 4-bromoacétanilide



Une réaction se produit-elle lors de l'ajout de  $\text{HCl}_{\text{aq}}$  ?

$$\text{pH HCl conc.} = \sim 1 \quad \text{p}K_{\text{a}} \text{ArNH}_3^+/\text{ArNH}_2 = 4.6$$

$$K_{\text{eq}} = 10^{(4.6-1)} = 3981$$

Ou, plus simplement,  $4.6-1 = 3.6 > 3 \dots$

Le sel d'ammonium est soluble dans l'eau.

7

## Synthèse du 4-bromoacétanilide

- Réchauffer au besoin pour compléter la dissolution :  
Quand la température augmente, la solubilité augmente.
- Traiter le solution au charbon activé (noir de carbone) :  
Pourquoi ? Comment ?  
Le charbon absorbe les impuretés colorées dissoutes et fixe les matières en suspension.
- Filtration sur papier filtre (2 papiers-filtre enchâssés l'un dans l'autre)

8

## Synthèse du 4-bromoacétanilide

Dans un autre erlenmeyer :

Acétate de sodium trihydrate : 2.2 g

**SIGMA-ALDRICH**

Home Products Order Center Custom Products Support Product Name or No. Search Advanced Search

Having trouble viewing pricing and availability information? [Click Here](#)

Your Search Term(s) → Product Name or No.: sodium acetate

Refine Your Search:  Within Results

Product Name or No. Product Category Special Grade Brand Purity Formula Weight Melting Point (°C) pH Value pK Value Physical Form Color

Products (137) Related Information (1192)

Expand/Collapse all Sorting Options: Relevancy

- Sodium acetate (19)
- Sodium acetate solution (1)
- Sodium acetate solution (2)
- Sodium acetate trihydrate (12)
- Acetate buffer solution pH 4.6 (2)
- Acetate buffer solution pH 4.65 (2)
- Buffer solution for optode membranes pH 5.1 (1)
- Buffer solution for optode membranes pH 5.5 (1)
- Sodium acetate 0.17 M - TRIS hydrochloride pH 8.5; 0.085 M - Polyethylene glycol 4000 25.5% (w/v) - Glycerol 15% (v/v) solution (1)
- Sodium acetate 0.17M - Sodium cacodylate pH 6.5; 0.085M - Polyethylene glycol 8000 25.5% (w/v) - Glycerol 15% (v/v) solution (1)
- Sodium acetate 0.1M - Ammonium sulfate 2.0M solution (1)
- Sodium acetate 0.2M - Sodium cacodylate pH 6.5; 0.1M - PEG 8000 20% solution (1)

9

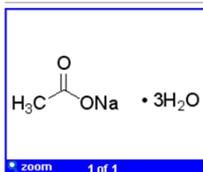
## Synthèse du 4-bromoacétanilide

Dans un autre erlenmeyer :

Acétate de sodium trihydrate : 2.2 g

**S7670 Sodium acetate trihydrate**

Sigma-Aldrich **SigmaUltra**, ≥99.0%



**Synonym** Acetic acid sodium salt  
**Molecular Formula** CH<sub>3</sub>COONa · 3H<sub>2</sub>O  
**Molecular Weight** 136.08  
**CAS Number** 6131-90-4  
**Beilstein Registry Number** 3732037  
**MDL number** MFCD00071557  
**PubChem Substance ID** 24899760  
**EGEC Number** 204-823-8

$$n = \frac{2.19 \text{ g}}{136.08 \text{ g/mol}} \times 1000 = 16.1 \text{ mmol}$$

On dissout ensuite dans 20 mL d'H<sub>2</sub>O.

Solubilité?

## Synthèse du 4-bromoacétanilide



Une réaction se produit-elle lors de l'ajout de H<sub>2</sub>O?

$$\text{pH H}_2\text{O} = 7 \quad \text{p}K_a \text{ AcO}^-/\text{AcOH} = 4.8$$

Est-ce que ma solution aqueuse a un pH de 3 unités inférieures au pK<sub>a</sub> de l'acétate ??

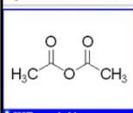
Donc l'eau n'est pas assez acide pour protoner l'acétate.

11

## Synthèse du 4-bromoacétanilide

Dans le ballon réactionnel contenant le 4-bromoanilinium, ajouter 2.5 mL d'anhydride acétique.

242845 Acetic anhydride  
Sigma-Aldrich ACS reagent, 99.0%



Molecular Formula (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>)

Molecular Weight 102.09

CAS Number 108-24-7

Ballston Registry 395737

Number

MDL number MFCD00008705

PubChem Substance ID 24954587

EGEC Number 203-564-8

Price and Availability

Descriptions

Properties

grade ACS reagent

vapor density 3.5 (vs air)

vapor pressure 10 mmHg (36 °C)

4 mmHg (20 °C)

assay ≥98.0%

autoignition temp. 629 °F

expt. lim. 10.3 %

total impurities

MinO<sub>2</sub> reducers, passes test

expn. residua

≤0.003%

refractive index

n<sub>D</sub>20 1.390(8)

bp

138-140 °C(8)

mp

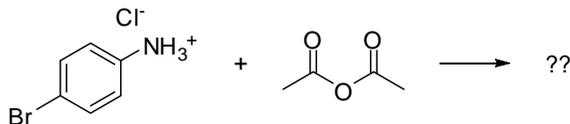
-73 °C(8)

density

1.08 g/mL(8)

$$n = \frac{2.5 \text{ mL} \times 1.082 \text{ g/mL}}{102.09 \text{ g/mol}} \times 1000 = 26.5 \text{ mmol}$$

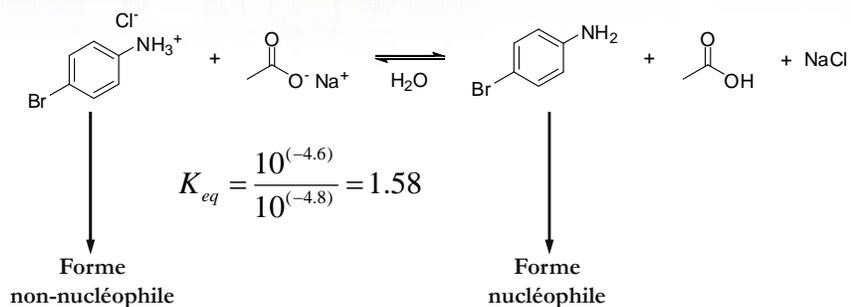
Une réaction devrait-elle se produire ??



12

## Synthèse du 4-bromoacétanilide

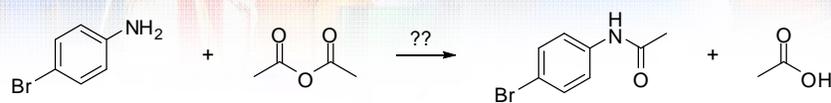
Ajouter la solution d'AcONa au ballon réactionnel :



Remarque : AcO<sup>-</sup> Na<sup>+</sup> réagit d'abord avec H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> Cl<sup>-</sup> en excès pour former AcOH !

13

## Synthèse du 4-bromoacétanilide



Mécanisme réactionnel ?

Sous produits formés ?

Produit organique  
neutre insoluble dans l'eau.

Il précipite donc!

Utilisation d'un bain de glace: pourquoi ?

Constantes physiques du 4-bromoacétanilide... à vous de jouer!

14

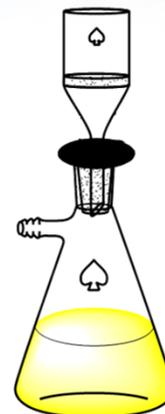
## *Synthèse du 4-bromoacétanilide*

Filtration du produit brut sur Büchner :

Erlen à vide, Büchner, papier, *filter-vac*

Précautions :

- Mouiller le papier filtre avec un peu d'eau avant de filtrer... pourquoi?
- Rincer le produit brut avec eau froide... pourquoi ? Que veut-on enlever ?



15

## *Synthèse du 4-bromoacétanilide*

Calcul du rendement en produit brut :

**TOUJOURS LE CALCULER... pourquoi ?**

$$\text{Rdt en produit brut} = \frac{\text{Quantité obtenue}}{\text{Quantité attendue}} \times 100 \%$$

Recristallisation à deux solvants :

Voir les notes du cours précédent.

Calcul du rendement en produit isolé.

16

## *Synthèse du 4-bromoacétanilide*

Tableau des rapports molaires :

- Voir cours sur le cahier de labo
- Nombre d'équivalents
- Calcul de la qté de produit attendue

Réfléchir au nombre d'équivalent de chaque produit.

Mesure de la  $T^{\circ}_{\text{fusion}}$

17

## *Synthèse du 4-bromoacétanilide*

Le fait qu'un produit ait précipité signifie-t-il que la réaction est terminée ??

Comment vérifier que la réaction est terminée ?

On fait un suivi de réaction!

18