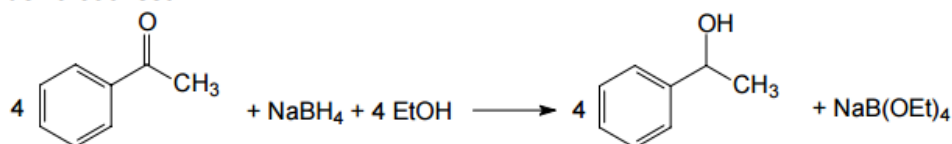


Exercice I - Préparation du 1-phényléthanol

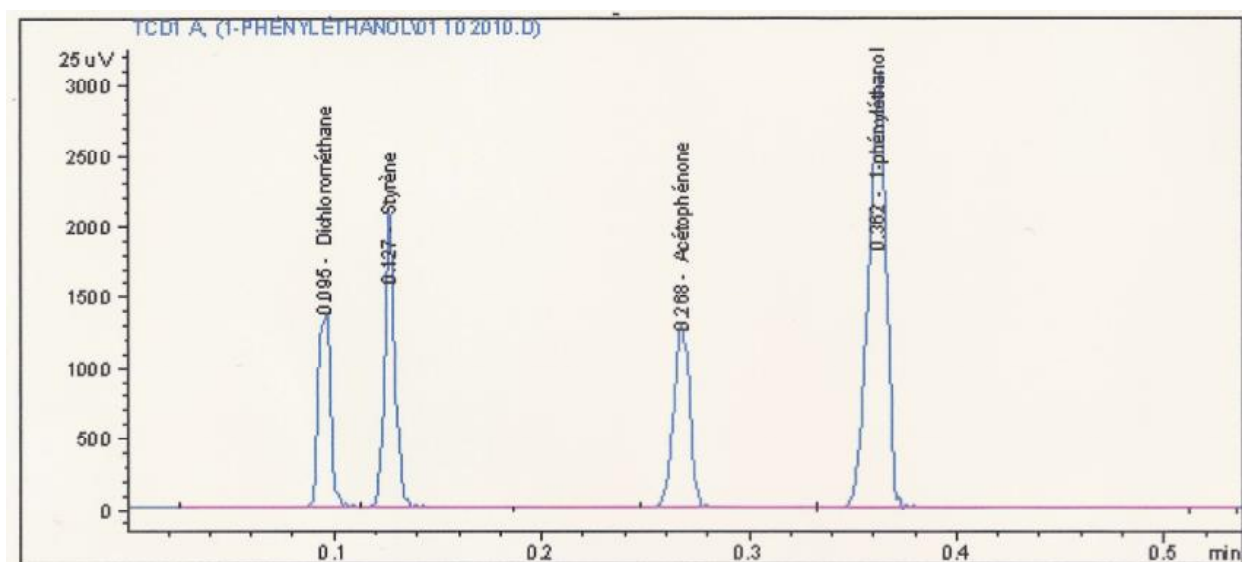
Extrait du BTS 2009 - Sujet 1

Le 1-phényléthanol est obtenu par réduction de l'acétophénone (1-phényléthanone) par le tétrahydruoborate de sodium NaBH_4 suivie d'une hydrolyse. L'équation de la réaction de formation de l'alcool est :



A la fin de la synthèse, la pureté du 1-phényléthanol synthétisé est déterminée par CPG, en utilisant la méthode de la normalisation interne.

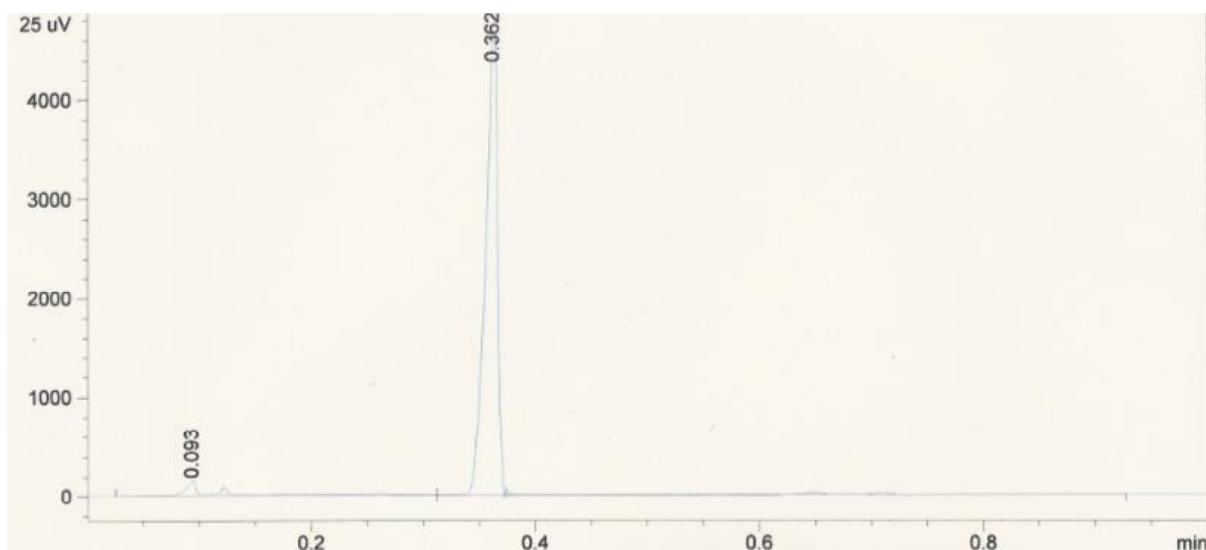
Le chromatogramme de référence fourni est donné ci-dessous :



#	RT	Signal	Compound	Lvl	Amt[g]	Area
1	0.095	TCD1 A	Dichlorométhane	1	6.9100e-2	765.570
2	0.127	TCD1 A	Styrène	1	6.1600e-2	694.870
3	0.268	TCD1 A	Acétophénone	1	6.2200e-2	678.790
4	0.362	TCD1 A	1-phényléthanol	1	1.7080e-1	1823.900

Après synthèse et purification (rectification), le distillat est pesé, puis injecté en CPG dans les mêmes conditions d'analyse que la référence.

Le chromatogramme obtenu est donné ci-dessous :



Peak #	RetTime [min]	Sig	Type	Area [25 uV*s]	Height [25 uV]	Area %
1	0.093	1	BV S	185.49562	117.50533	4.89619
2	0.362	1	VBAS	3603.07617	4390.62891	95.10381
Totals :				3788.57179	4508.13423	

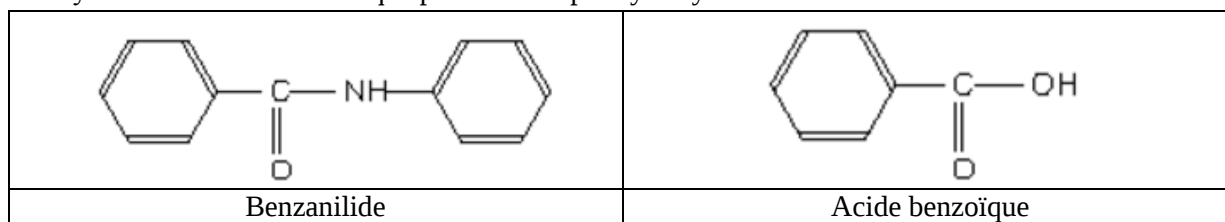
- 1) Analyser qualitativement ce chromatogramme.
- 2) Déterminer la pureté du produit obtenu. Aide : remplir les tableaux suivants :

	Chromatogramme de référence			
	t_R (min)	%m	%A	$K_{i/phenyl}$
Dichlorométhane				
Styrène				
Acétophénone				
1-phényléthanol				1

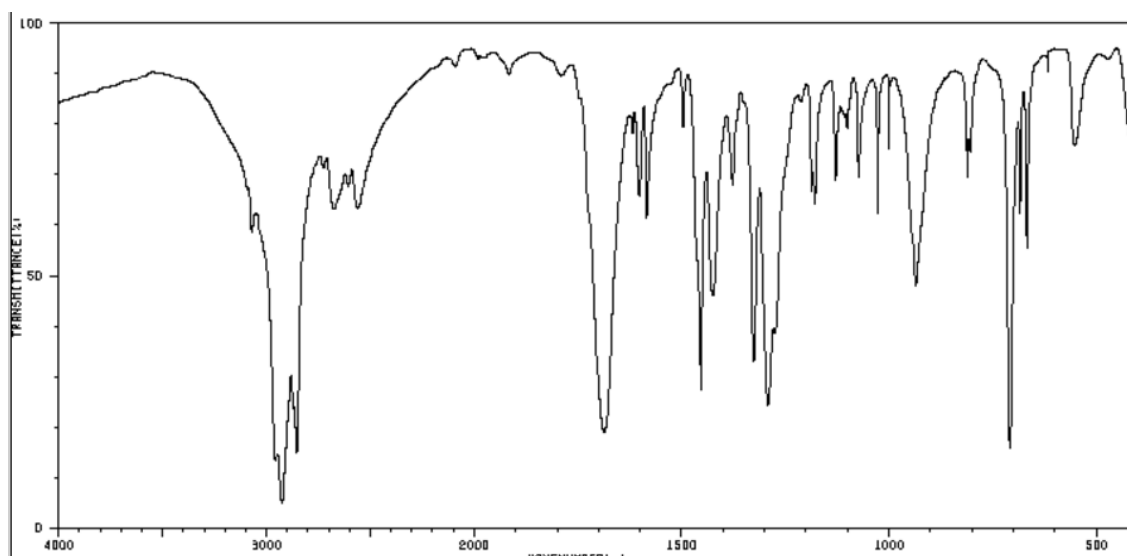
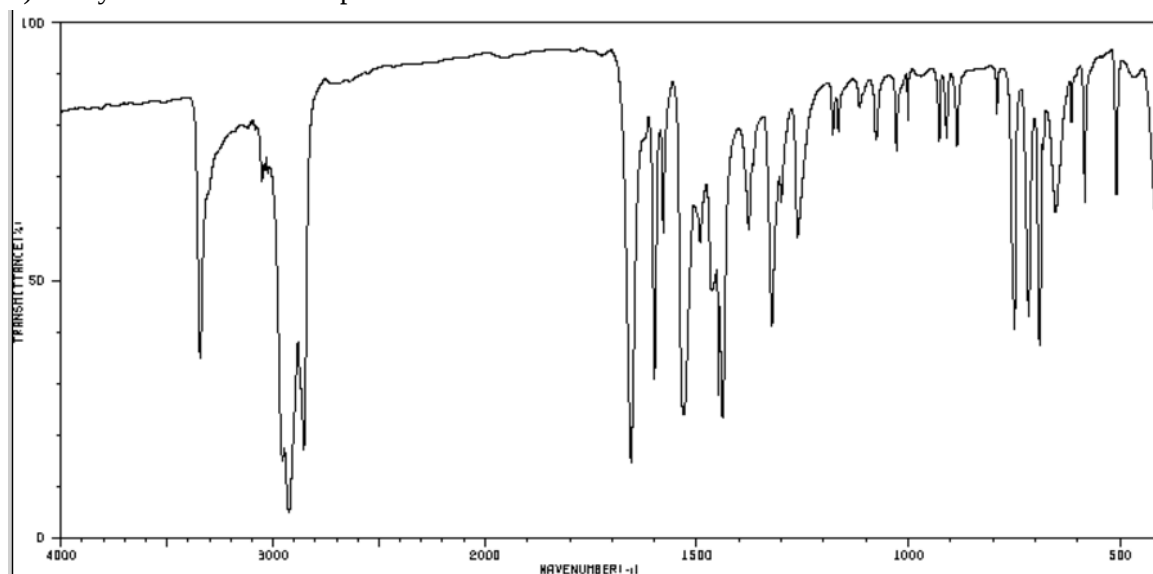
	Chromatogramme du produit synthétisé		
	t_R (min)	%A	%m
Dichlorométhane			
Styrène			
Acétophénone			
1-phényléthanol			

Exercice II - Préparation de l'acide benzoïque

La synthèse de l'acide benzoïque peut se faire par hydrolyse de la benzanilide :



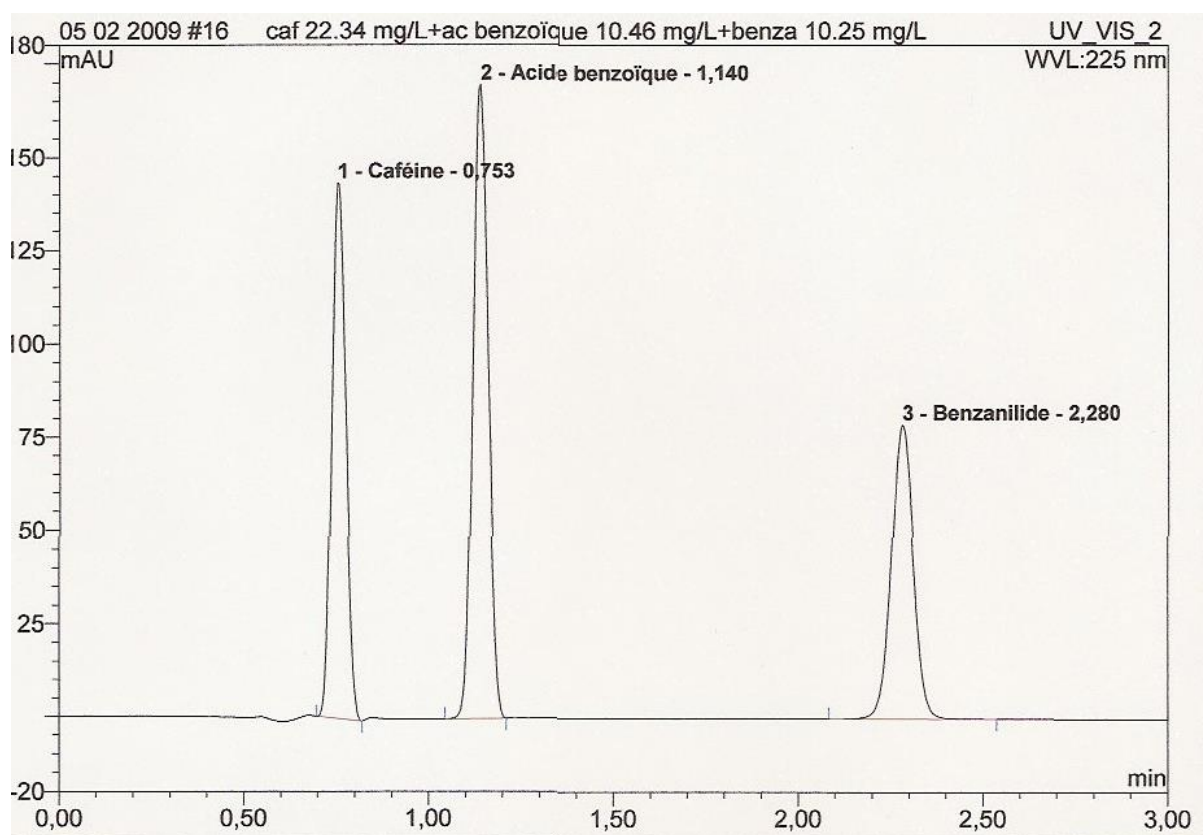
1) Analyser et attribuer les spectres IR ci-dessous :



2) Après la synthèse, deux étudiantes analysent leur produit par HPLC, en utilisant la méthode de l'étalon interne, afin d'en déterminer la pureté. Analyser leurs résultats.

L'étalon interne utilisé est la **caféine**.

Ci-dessous est donné le chromatogramme étalon obtenu (injection de 20 µL) :



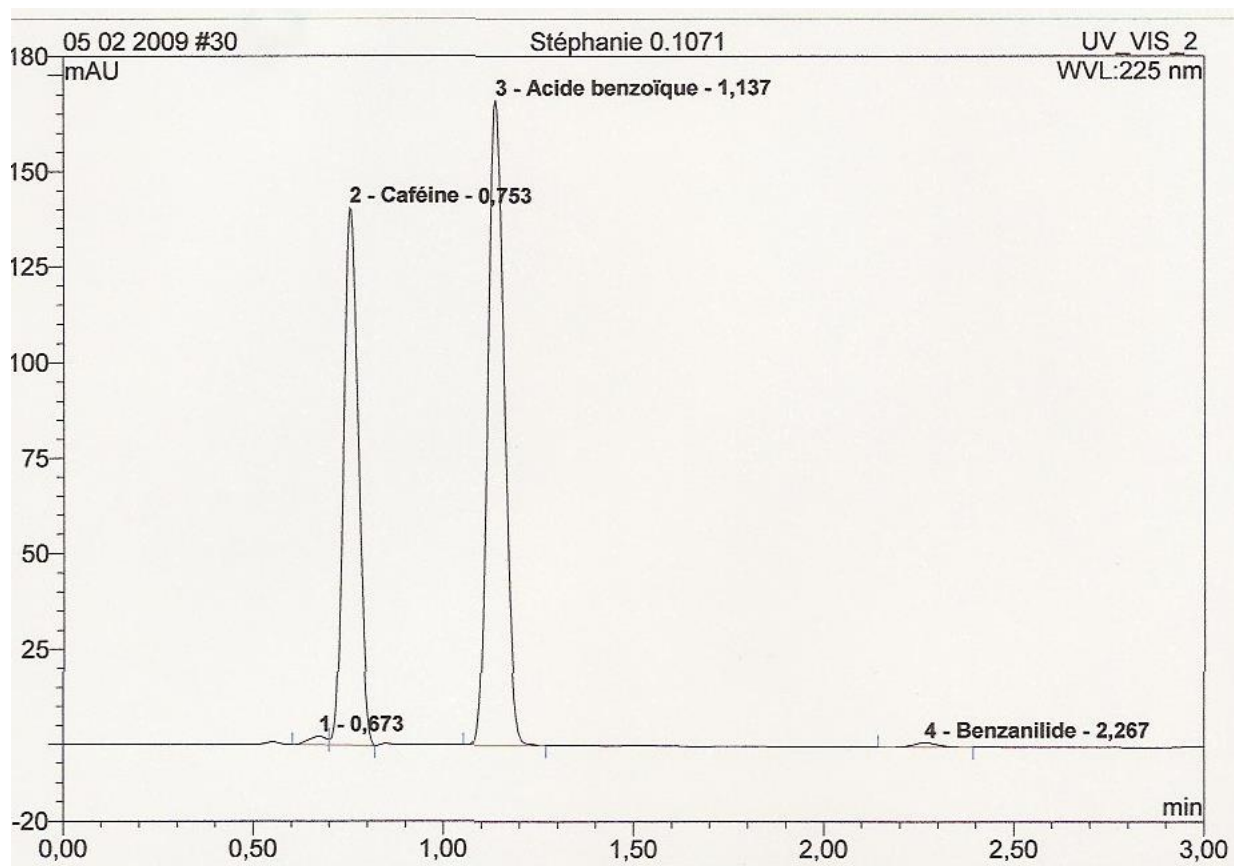
No.	Ret.Time min	Peak Name	Height mAU	Area mAU*min	Rel.Area %	Amount mg/L	Type
1	0,75	Caféine	143,570	6,393	31,86		BMB
2	1,14	Acide benzoïque	169,869	8,217	40,96		BMB
3	2,28	Benzanilide	78,734	5,453	27,18		BMB
Total:			392,174	20,063	100,00		

Remplir le tableau suivant :

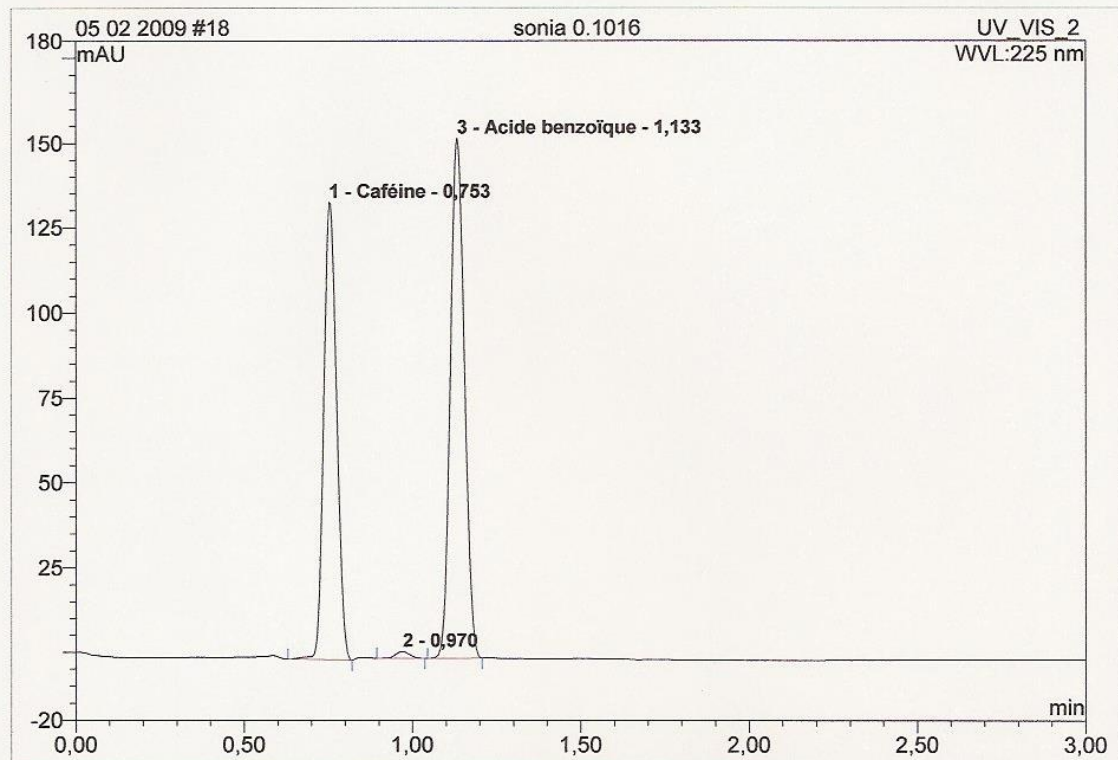
Référence			
	Caféine	Acide benzoïque	Benzanilide
t_R (min)			
ρ_i (mg.L ⁻¹)			
%A _i			

Pour leur analyse, chaque étudiante doit d'abord préparer une solution mère de leur produit en dissolvant environ 0,1 g (masse exacte à noter) dans une fiole de 20,0 mL. Puis, une fiole fille est préparée à partir de 50 μL de cette solution mère et de 100 μL d'une solution d'étalon interne à 4,470 g.L^{-1} , le tout dilué dans une fiole de 20 mL. L'injection, pour analyse, est de 20 μL .

Voici les deux chromatogrammes obtenus :



No.	Ret.Time min	Peak Name	Height mAU	Area mAU*min	Rel.Area %	Amount mg/L	Type
1	0,67	n.a.	2,206	0,119	0,78		BM
2	0,75	Caféine	140,643	6,442	42,50		MB
3	1,14	Acide benzoïque	168,623	8,513	56,17		BMB
4	2,27	Benzanilide	1,111	0,082	0,54		BMB
total:			312,584	15,155	100,00		



No.	Ret.Time min	Peak Name	Height mAU	Area mAU*min	Rel.Area %	Amount mg/L	Type
1	0,75	Caféine	134,666	6,051	44,57		BMB
2	0,97	n.a.	2,014	0,096	0,71		BMB
3	1,13	Acide benzoïque	153,155	7,428	54,72		BMB
Total:			289,835	13,575	100,00		

Chromatogrammes dosage						
Stéphanie				Sonia		
	t_R (min)	%A	ρ / mg.L ⁻¹	t_R (min)	%A	ρ / mg.L ⁻¹
Caféine (EI)						
Acide benzoïque						
Benzanilide						
Masse réelle pesée :				Masse réelle pesée :		
Pureté :				Pureté :		