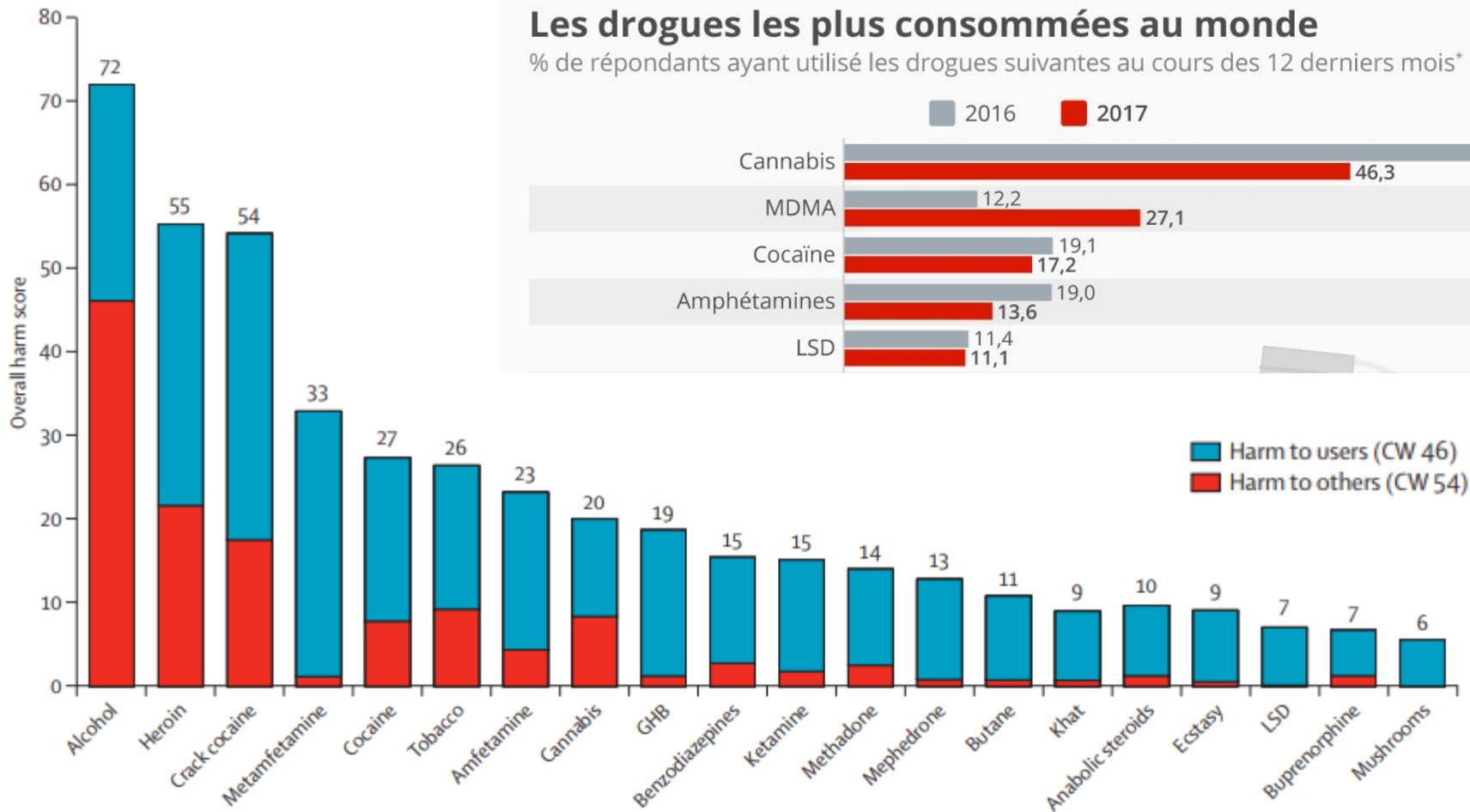


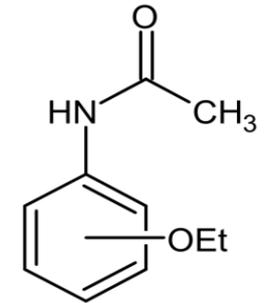
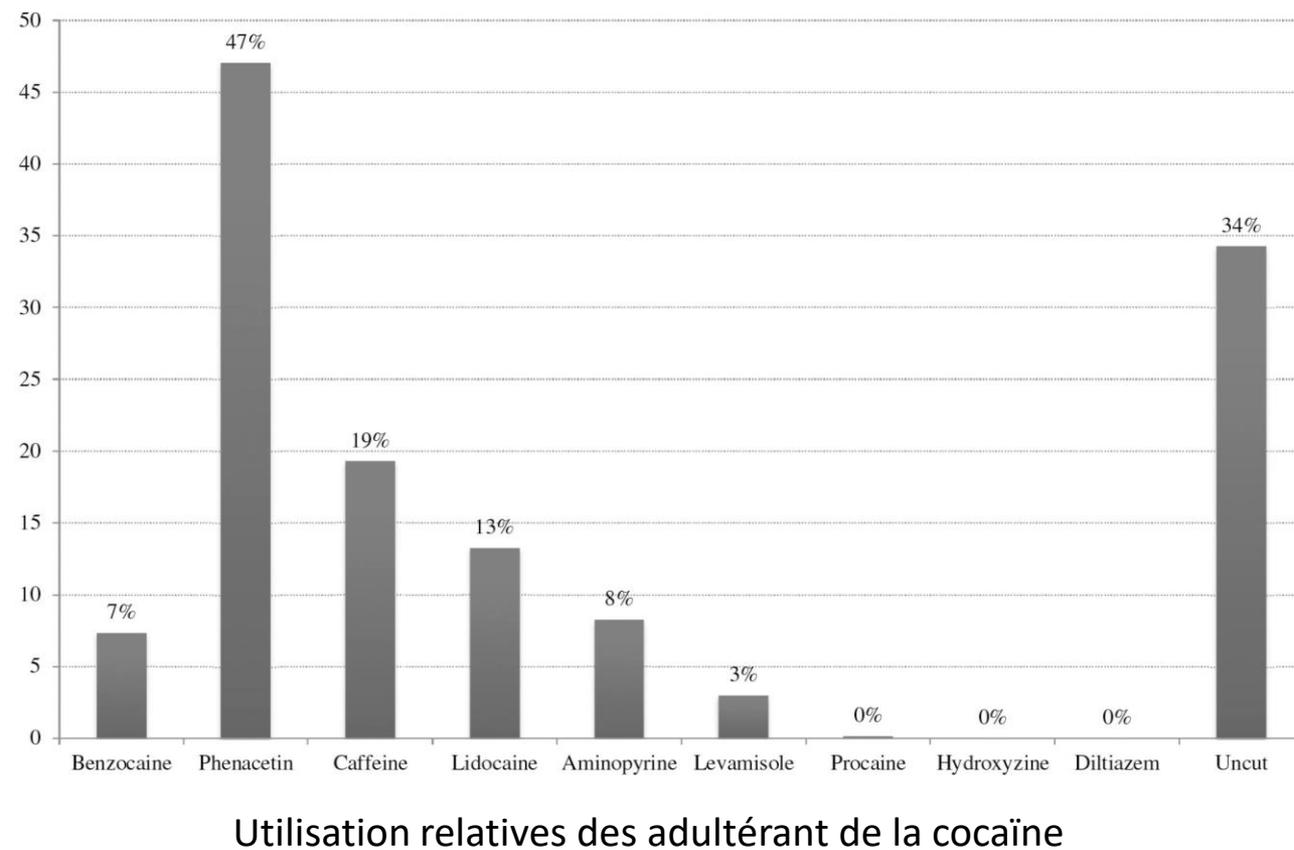
# Analyse Colorimétrique d'un adjuvant de la cocaïne



# Introduction

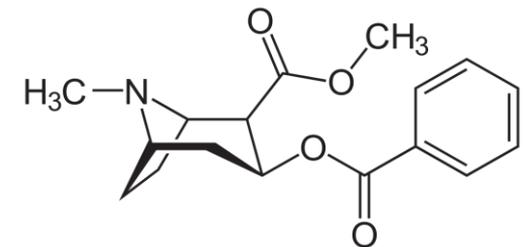


# Introduction



OEt = o, m, p

Phénacétine et dérivés



Cocaïne



Est-il possible de synthétiser les régioisomères de la phénacétine pourtant structurellement proches ?



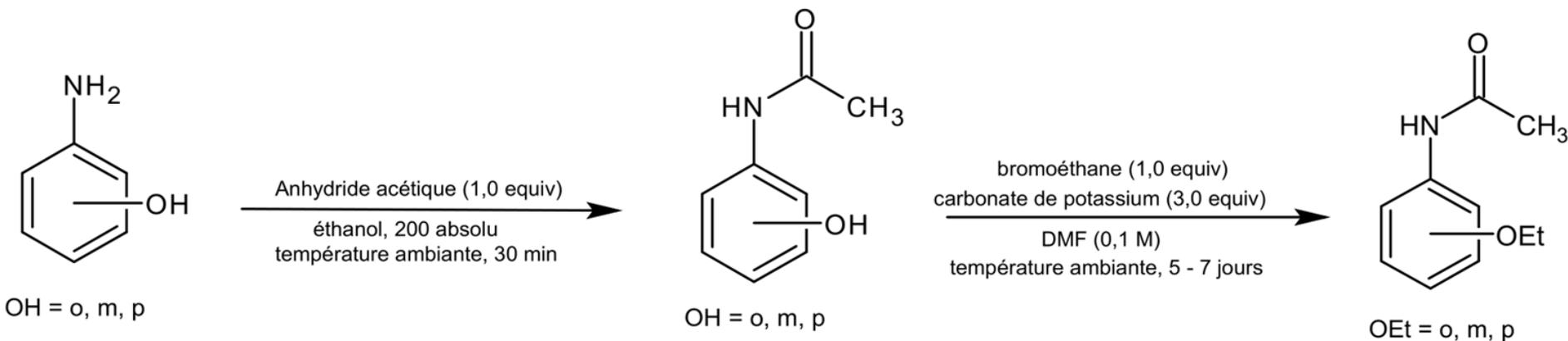
Pouvons nous les différencier quantitativement à l'aide d'une méthode d'analyse comme la colorimétrie?



La colorimétrie sur papier répond-elle à ces attentes ?  
Quelles sont les limites d'une telle approche ?

Objectif :

Synthétiser les trois régioisomères de la phénacétine avec un haut taux de pureté



# Synthèse

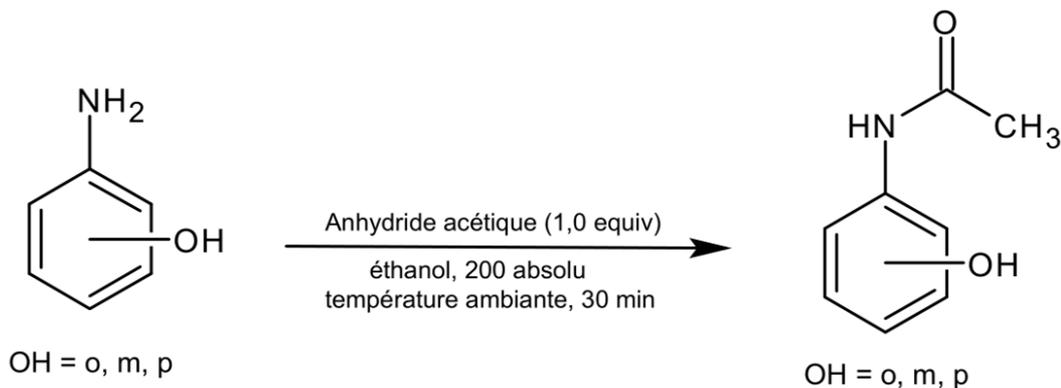
Analyse Spectroscopique

Analyse colorimétrique

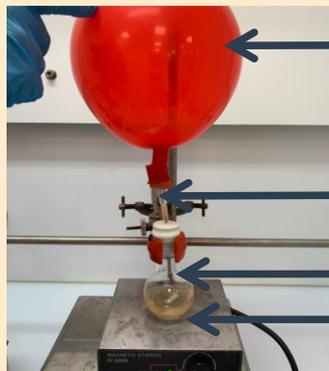
# Synthèse globale

Etape 1 : l'acétaminophène

Etape 2 : la phénacétine



## Montage



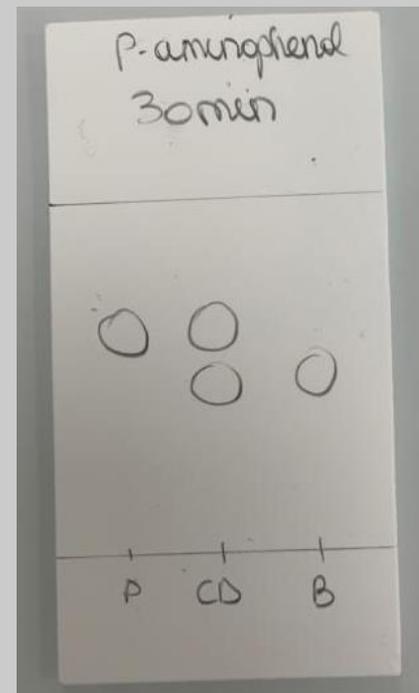
Ballon d'Argon

Septum

Ballon avec réactifs

Agitateur magnétique

## CCM



P : aminophénol

B : acetaminophène

## Caractérisation et rendement

Composé	Quantité de matière (mol)	Equivalents
Aminophénol	$9,16 \times 10^{-3}$	1
Anhydride acétique	$9,16 \times 10^{-3}$	1

		p-acétaminophène	o-acétaminophène	m-acétaminophène
Température de fusion (°C)	Expérimentale	<b>171</b>	<b>210</b>	<b>148</b>
	Tabulée	169-171	205-210	145-148
Rendement		<b>66,2 %</b>	<b>11,5 %</b>	<b>34,7 %</b>

# Synthèse

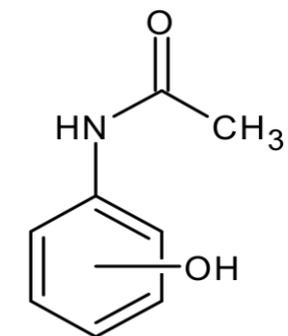
Analyse Spectroscopique

Analyse colorimétrique

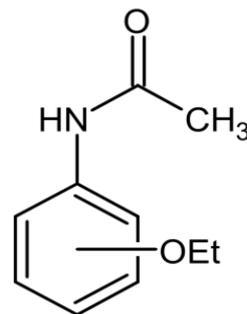
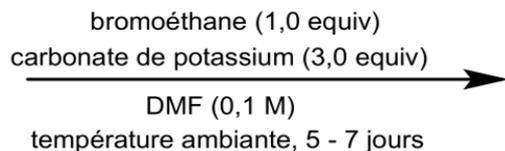
# Synthèse globale

Etape 1 : l'acétaminophène

Etape 2 : la phénacétine

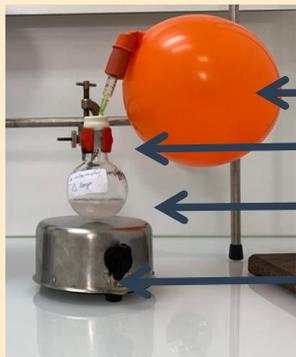


OH = o, m, p



OEt = o, m, p

## Montage



Ballon d'Argon  
Septum  
Ballon, réactifs  
Agitateur  
magnétique

## Traitement



Ampoule à  
decanter  
Erlenmeyer  
à col large

## Caractérisation et rendement

Composé	Quantité de matière (mol)	Equivalents
Acétaminophène	$4,16 \times 10^{-3}$	1
Bromoéthane	$4,16 \times 10^{-3}$	1
Carbonate de potassium	$1,25 \times 10^{-2}$	2

		p-phénacétine	o-phénacétine	m-phénacétine
Température de fusion (°C)	Expérimentale	<b>135</b>	<b>78</b>	<b>99</b>
	Tabulée	<b>133-136</b>	<b>79</b>	<b>97-99</b>
Rendement		<b>41,6 %</b>	<b>13 %</b>	<b>60,4 %</b>

# Synthèse

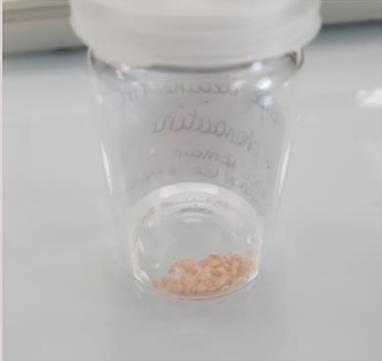
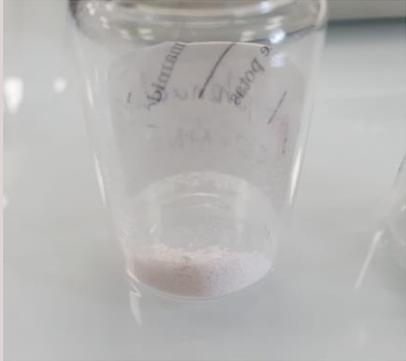
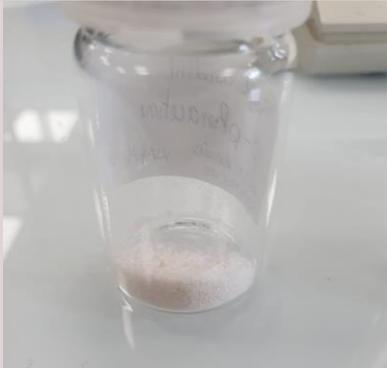
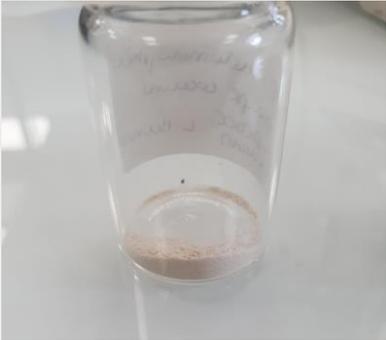
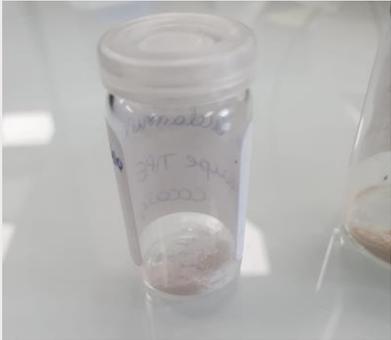
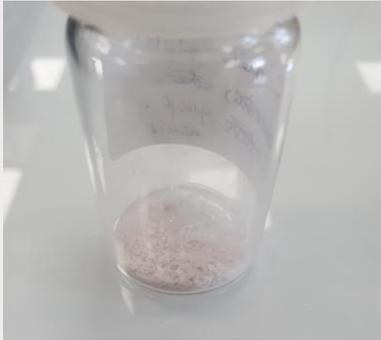
Analyse Spectroscopique

Analyse colorimétrique

# Synthèse globale

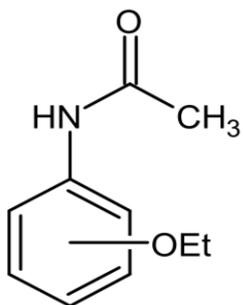
Etape 1 : l'acétaminophène

Etape 2 : la phénacétine

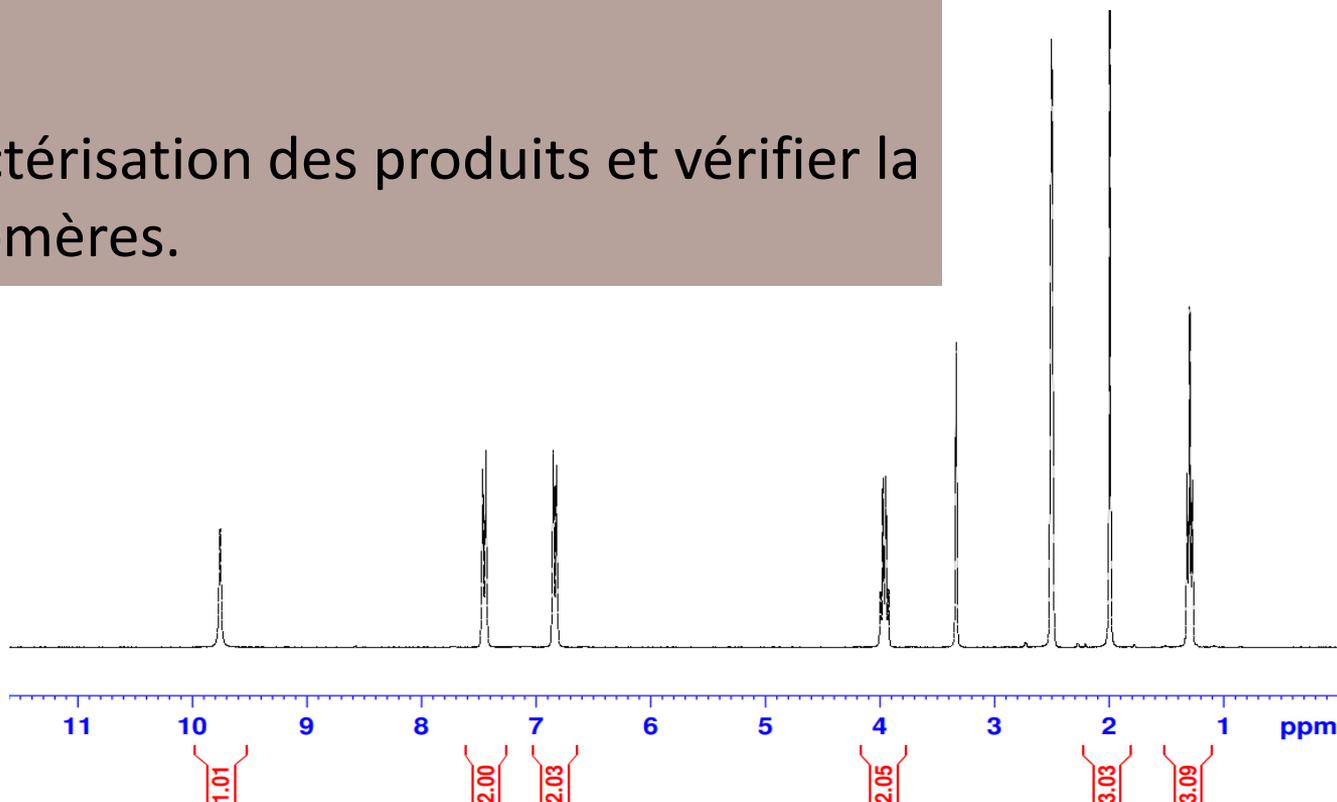
ETAPE	ORTHO	META	PARA
Synthèse acétaminophène			
Synthèse phénacétine			

Objectif :

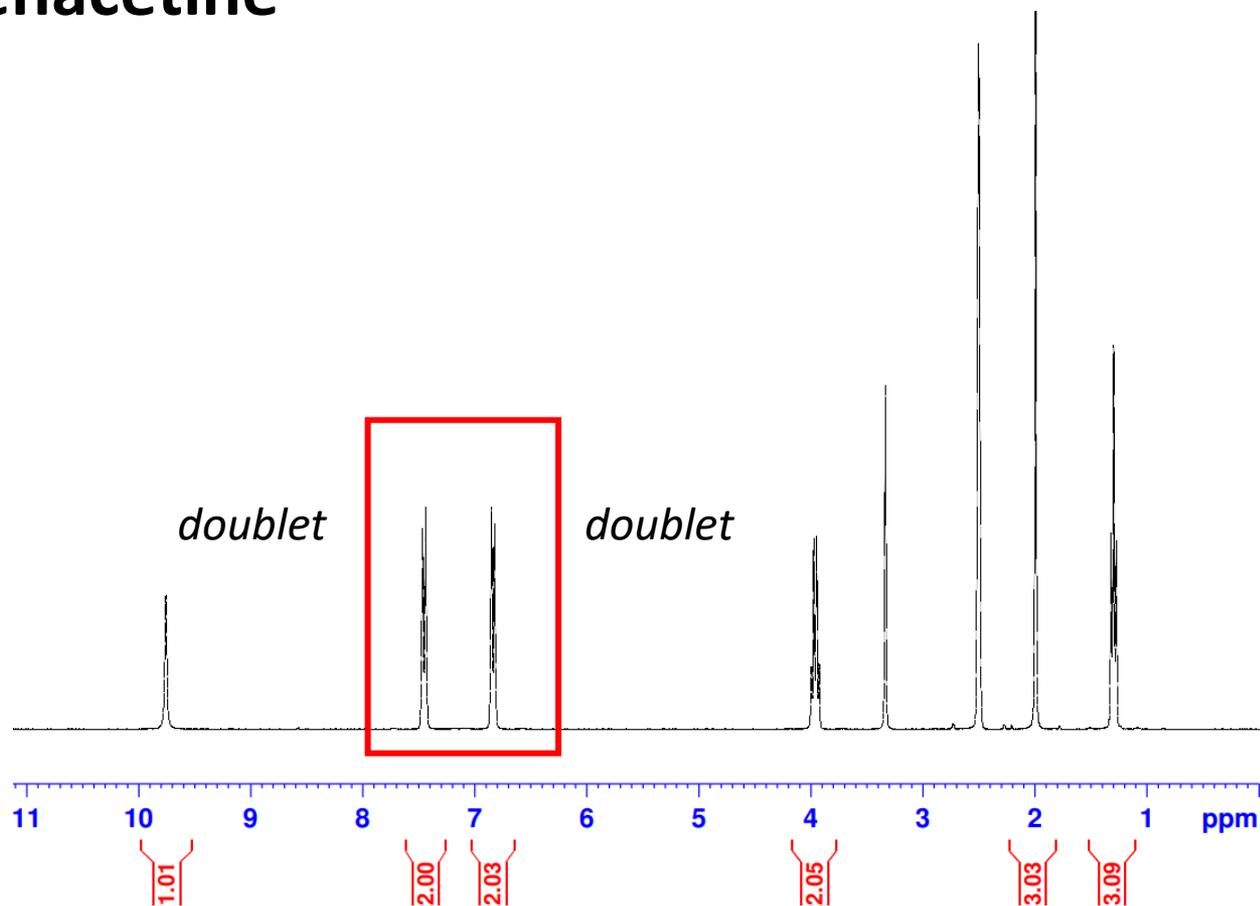
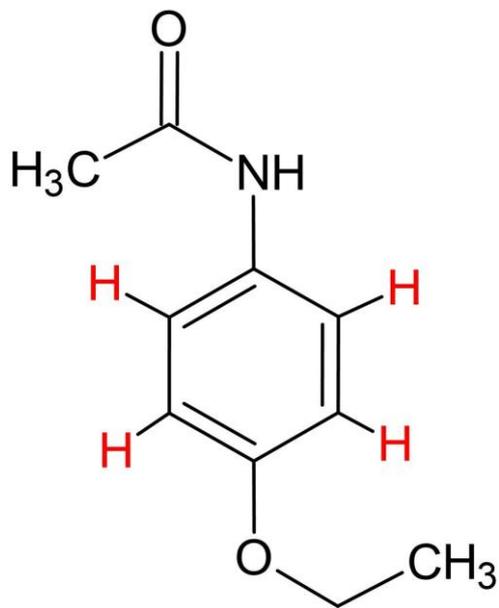
Effectuer une caractérisation des produits et vérifier la pureté des régioisomères.



OEt = o, m, p



- Spectre RMN: phénacétine



Synthèse

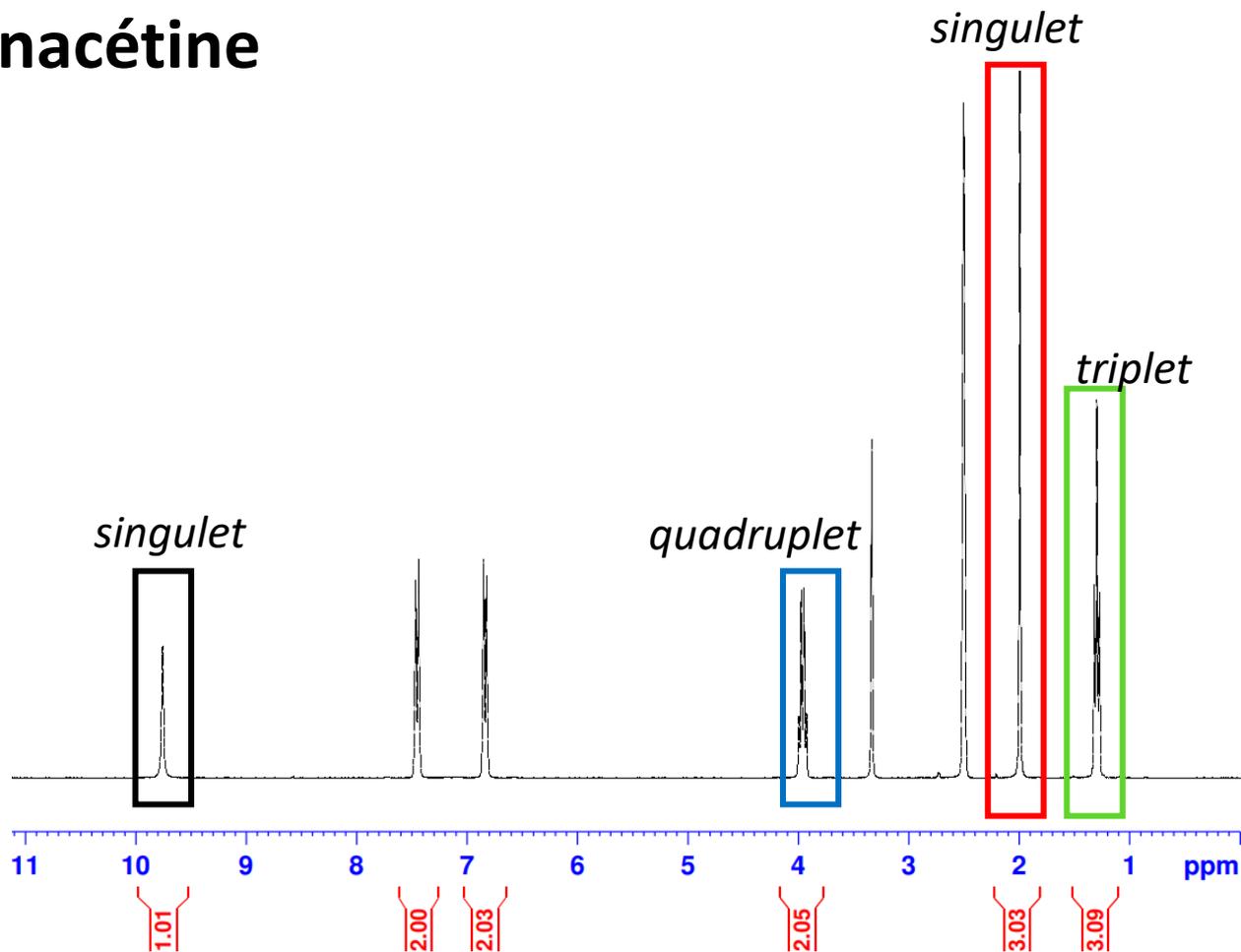
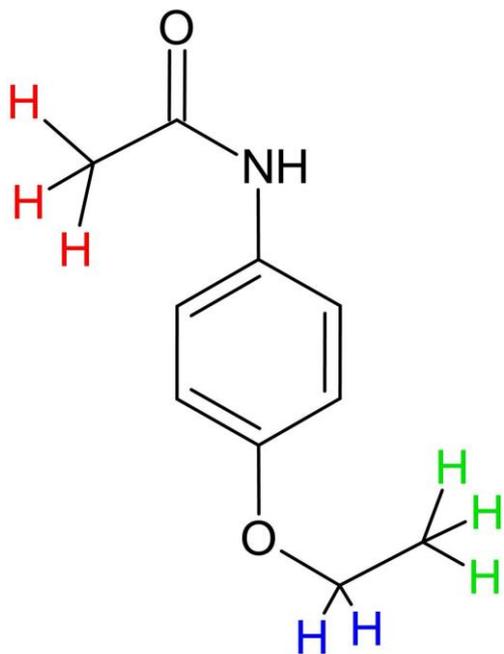
Analyse Spectroscopique

Analyse colorimétrique

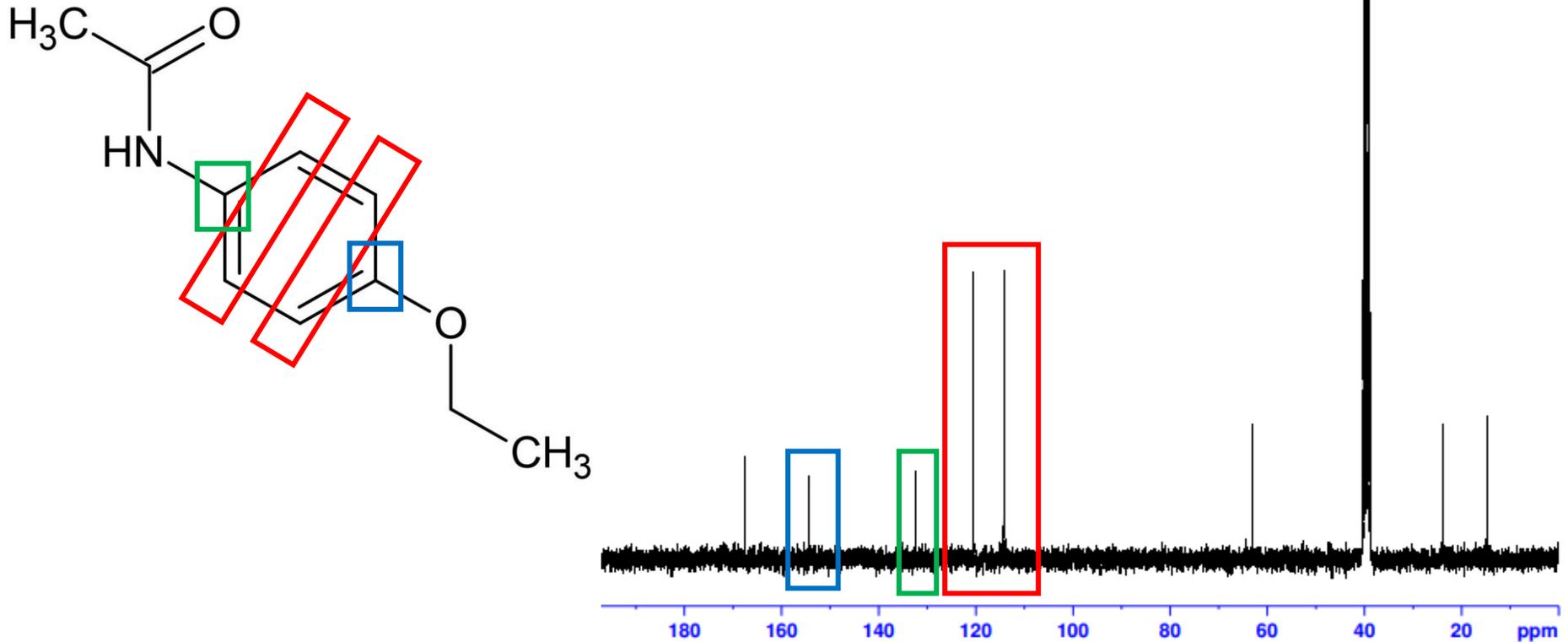
p-phénacétine

Bilan

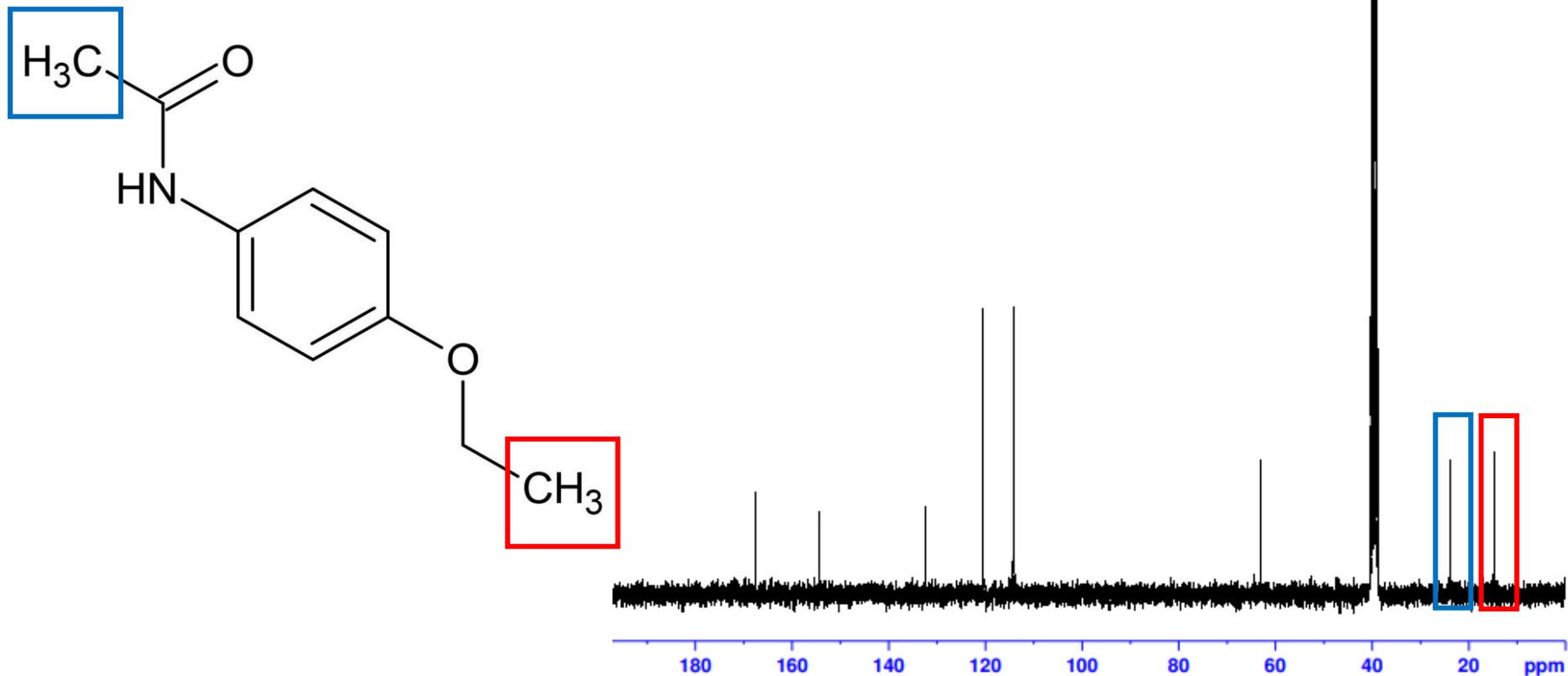
• Spectre RMN: phénacétine



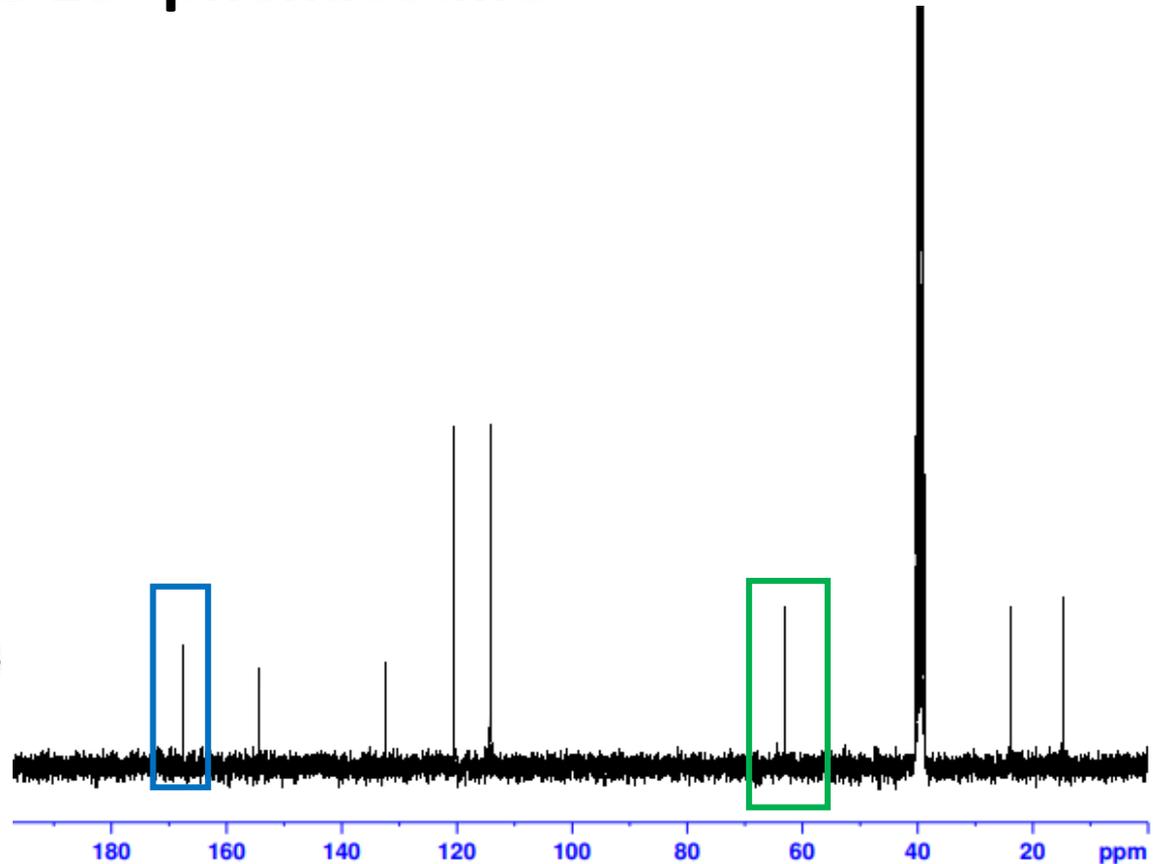
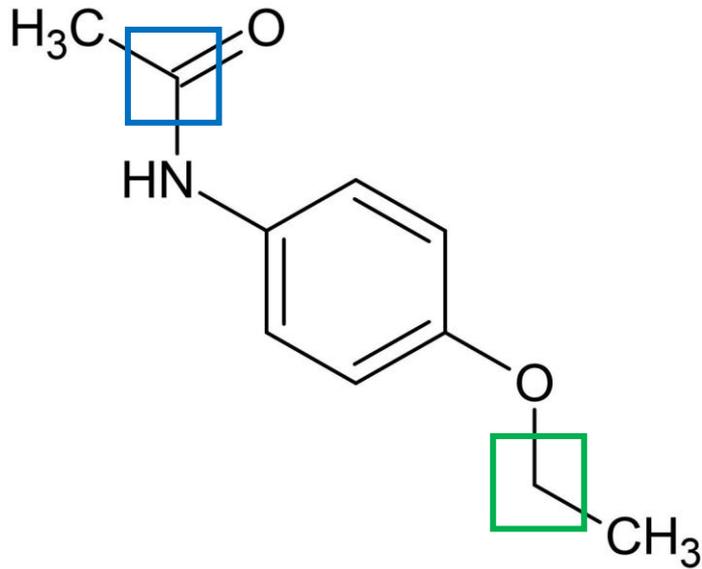
- Spectre RMN Carbone 13: phénacétine



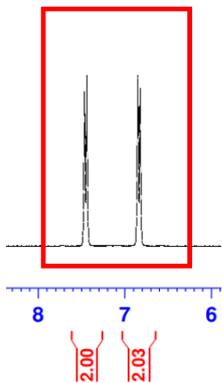
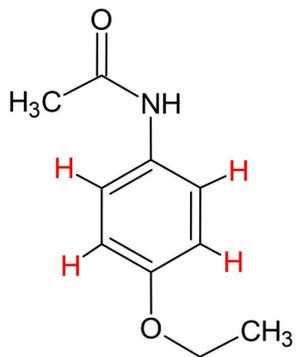
- Spectre RMN Carbone 13: phénacétine



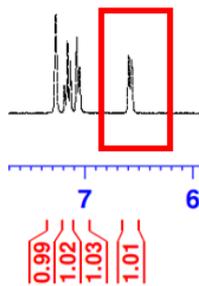
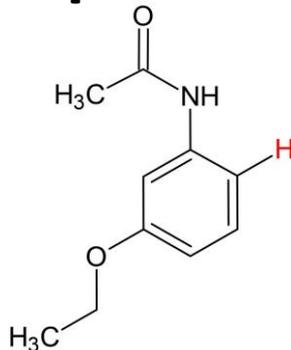
- Spectre RMN Carbone 13: phénacétine



• phénacétine

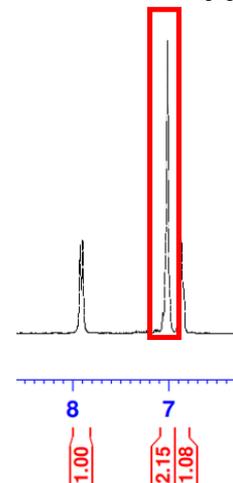
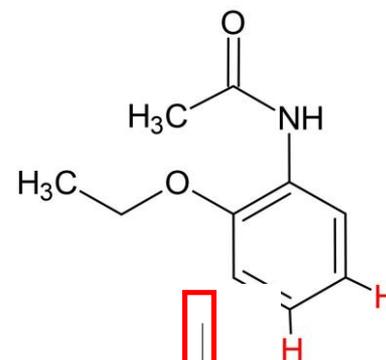


• m-phénacétine



Elimination

• o-phénacétine



Synthèse

Analyse Spectroscopique

Analyse colorimétrique

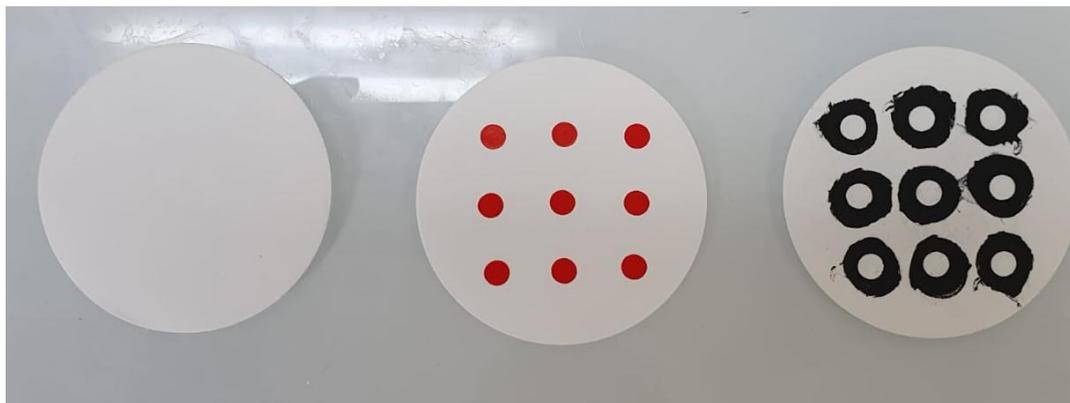
Réactions de révélation

Fabrication du dispositif

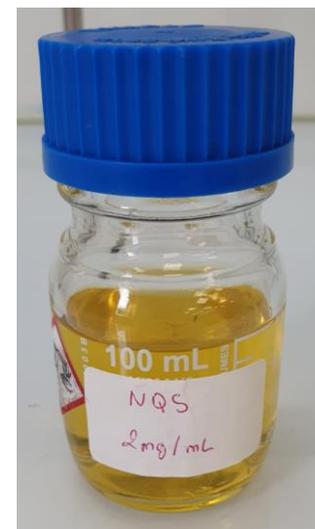
Analyse des données

Objectif :

Fabriquer un dispositif peu cher, facile d'utilisation, permettant de détecter la présence de phénacétine et d'estimer sa concentration.



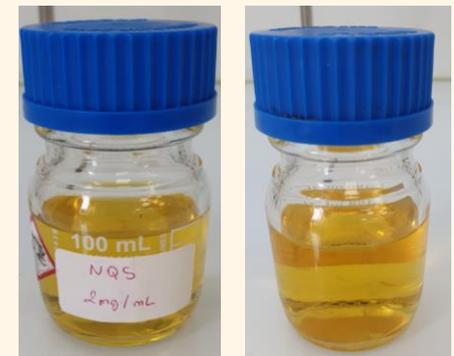
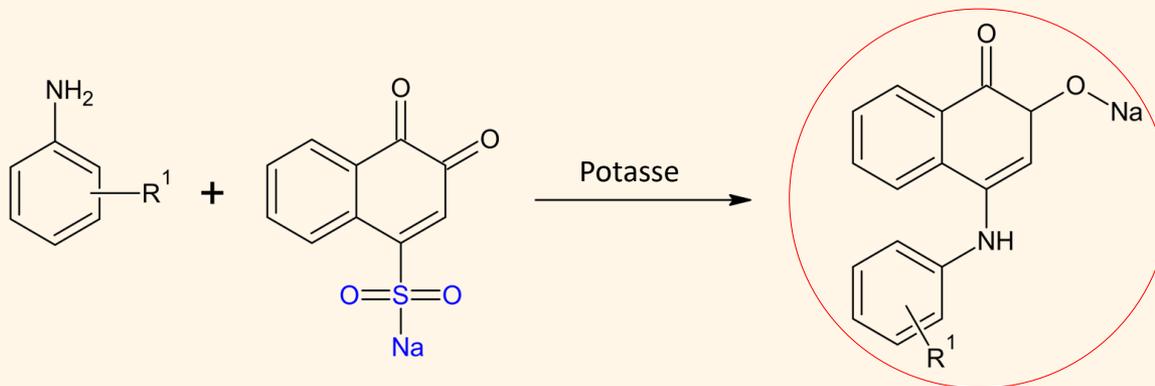
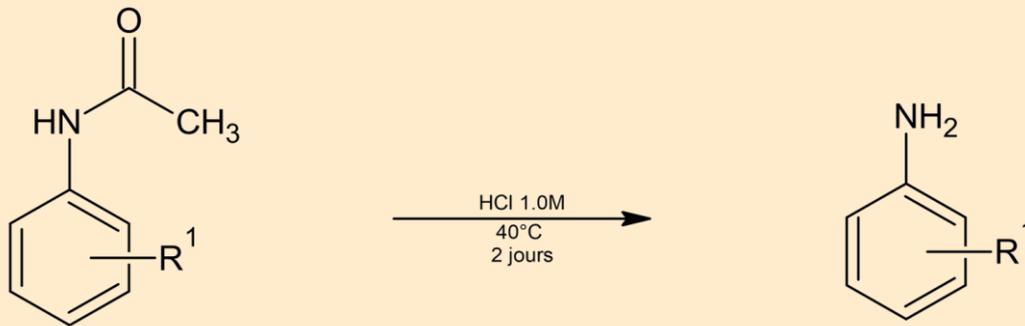
Dispositif colorimétrique sur papier



1,4-Naphthoquinone

Etape de préparation

Image



- Réacteurs sur papier filtre Whatman

Etape	1
Molécule Ajoutée	NaOH
Concentration	27,2 mg/mL
Utilité	Basifier le milieu pour permettre la réaction avec le chromophore
Quantité	6 $\mu$ L

- Réacteurs sur papier filtre Whatman

Etape	1	2
Molécule Ajoutée	NaOH	NQS
Concentration	27,2 mg/mL	2,0mg/mL
Utilité	Basifier le milieu pour permettre la réaction avec le chromophore	Chromophore en question
Quantité	6 $\mu$ L	6 $\mu$ L

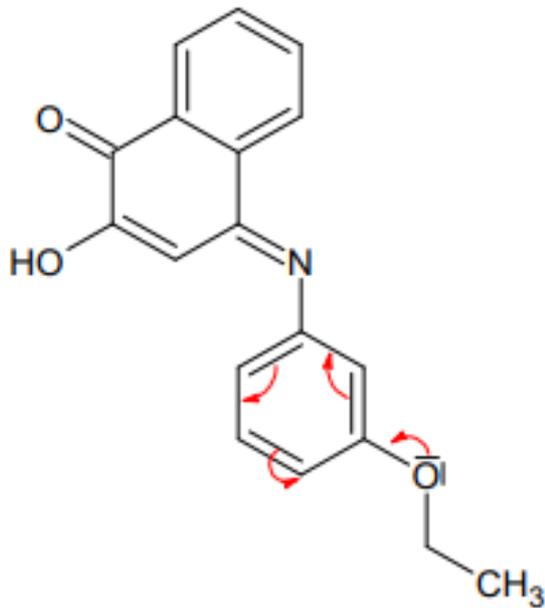
- Réacteurs sur papier filtre Whatman

Etape	1	2	3
Molécule Ajoutée	NaOH	NQS	Dérivé de phénacétine
Concentration	27,2 mg/mL	2,0mg/mL	
Utilité	Basifier le milieu pour permettre la réaction avec le chromophore	Chromophore en question	
Quantité	6 $\mu$ L	6 $\mu$ L	4 $\mu$ L

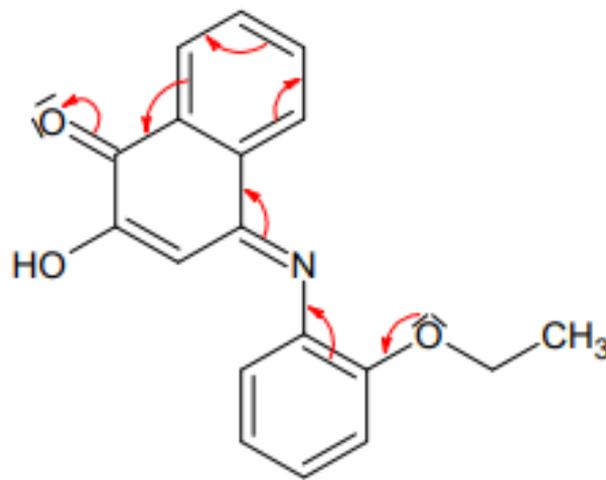
- Réacteurs sur papier filtre Whatman

Etape	1	2	3	4
Molécule Ajoutée	NaOH	NQS	Dérivé de phénacétine	CTAB
Concentration	27,2 mg/mL	2,0mg/mL		0,75mg/mL
Utilité	Basifier le milieu pour permettre la réaction avec le chromophore	Chromophore en question		Surfactant permettant de stabiliser la couleur
Quantité	6 $\mu$ L	6 $\mu$ L	4 $\mu$ L	2 $\mu$ L

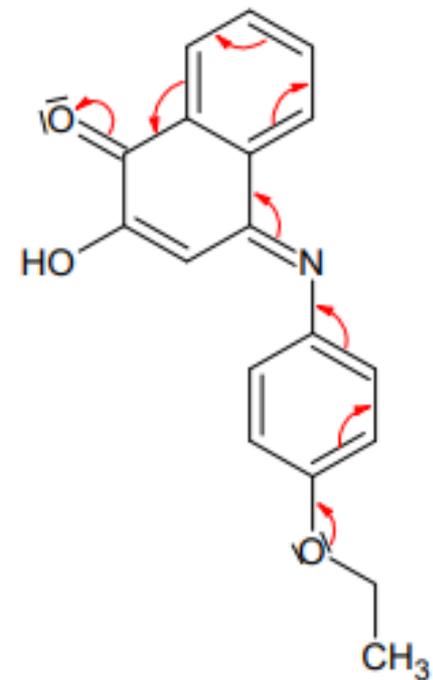
- Réaction formant un composé très coloré absorbant dans le visible par effet bathochrome



m-phénacétine



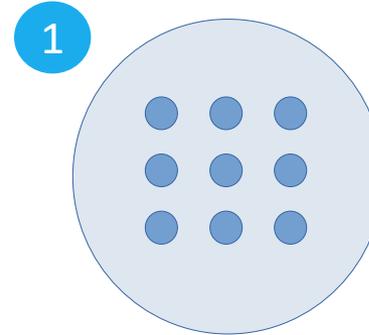
o-phénacétine



phénacétine

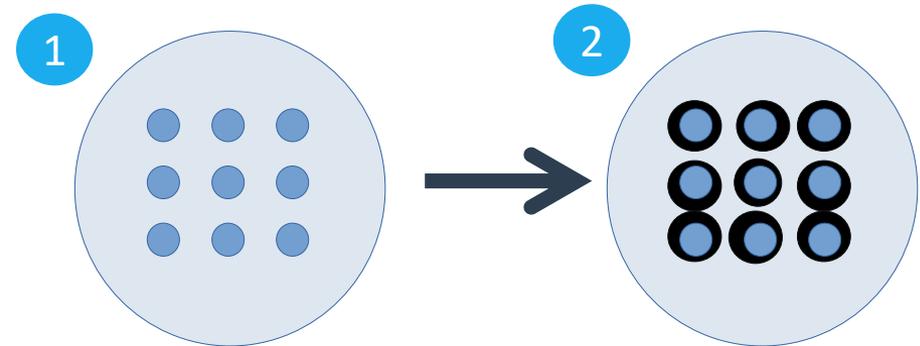
- Réacteurs sur papier filtre Whatman

Etape	Action
1	On place dépose 9 pastilles sur un papier Whatman



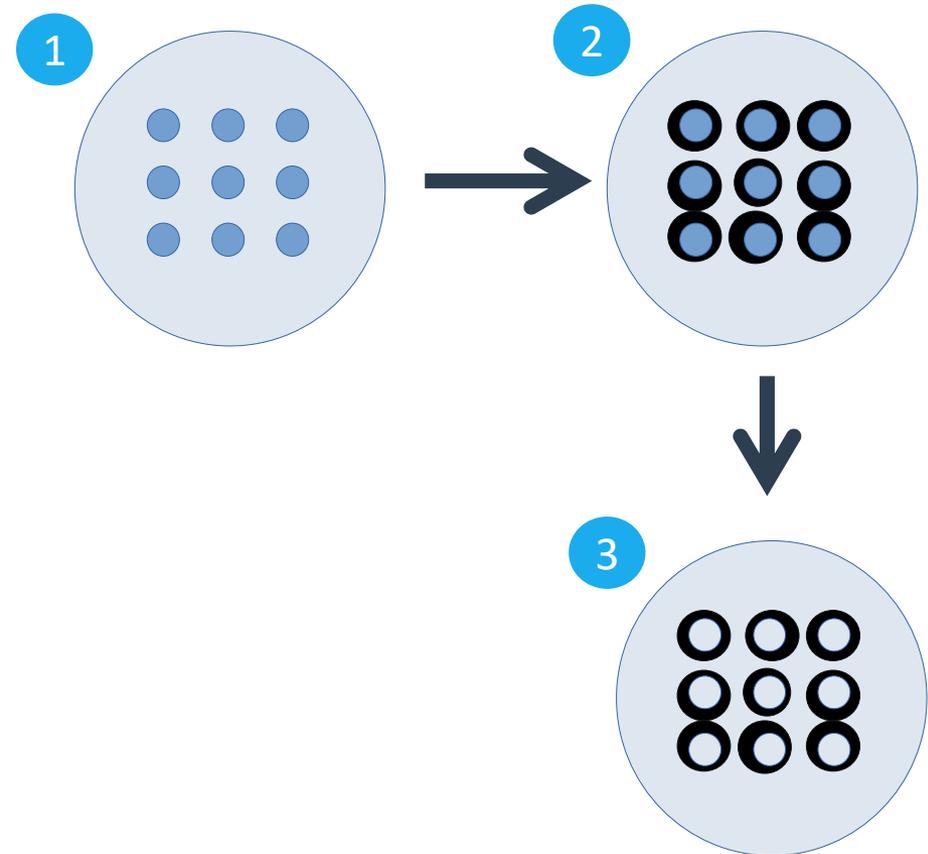
- Réacteurs sur papier filtre Whatman

Etape	Action
1	On dépose 9 gommettes sur un papier Whatman
2	On recouvre chaque gommette d'Eye liner liquide pour créer une couche hydrophobe



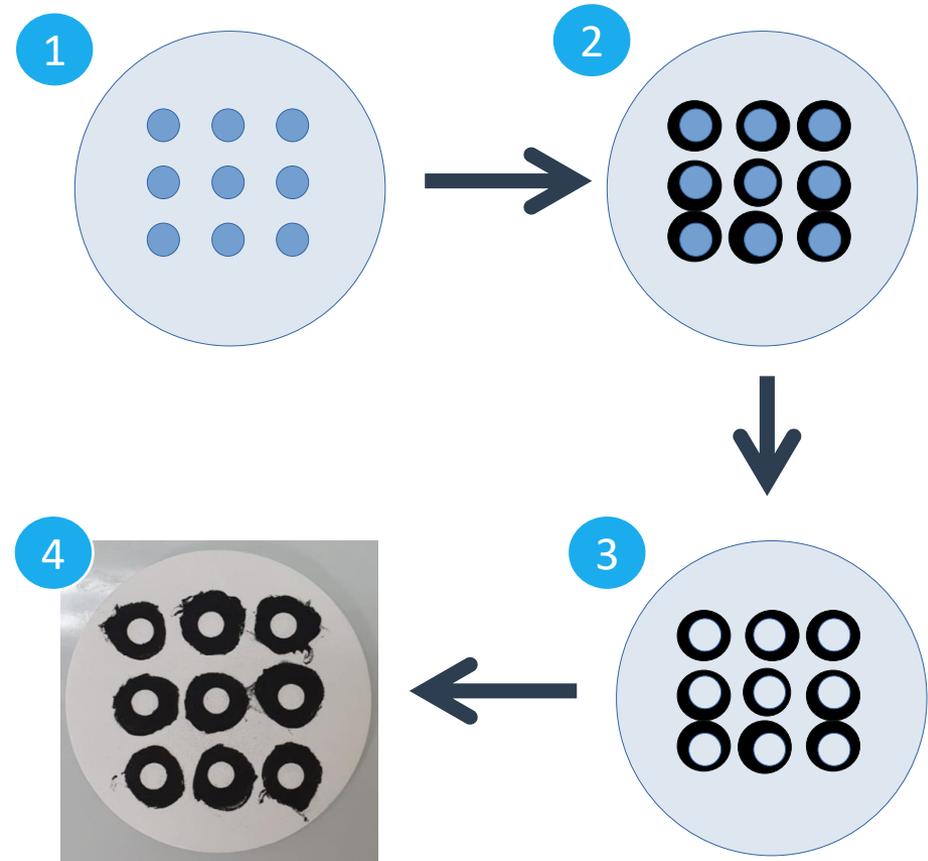
- Réacteurs sur papier filtre Whatman

Etape	Action
1	On dépose 9 gommettes sur un papier Whatman
2	On recouvre chaque gommette d'Eye liner liquide pour créer une couche hydrophobe
3	On retire les gommettes



- Réacteurs sur papier filtre Whatman

Etape	Action
1	On dépose 9 gommettes sur un papier Whatman
2	On recouvre chaque gommettes d'Eye liner liquide pour créer une couche hydrophobe
3	On retire les gommettes
4	On place les papiers à l'étuve (130°C) pour faire fondre l'Eye liner



Synthèse

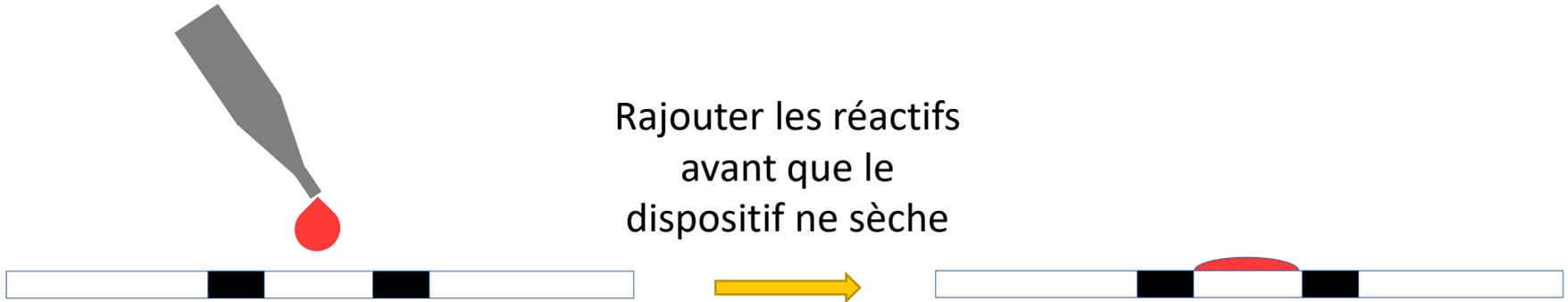
Analyse Spectroscopique

Analyse colorimétrique

Réactions de révélation

Fabrication du dispositif

Analyse des données



Synthèse

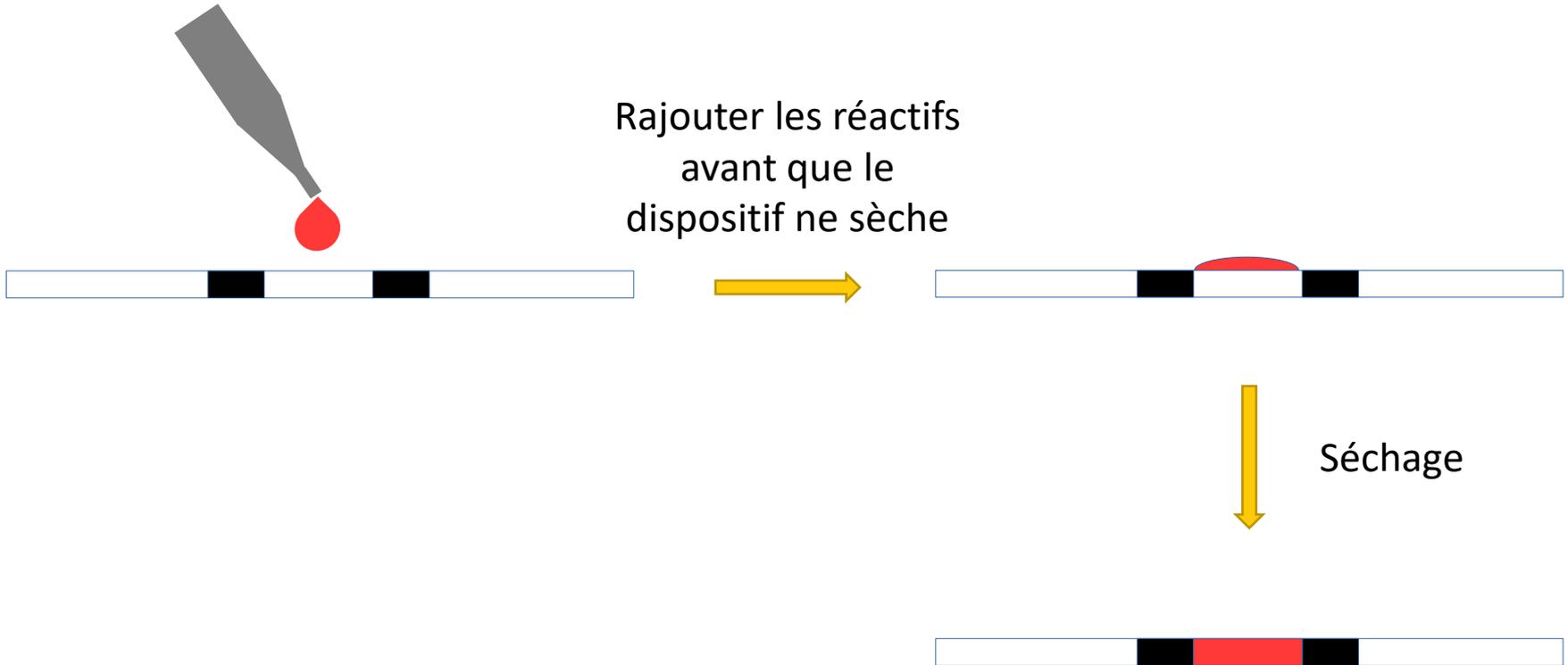
Analyse Spectroscopique

Analyse colorimétrique

Réactions de révélation

Fabrication du dispositif

Analyse des données



Synthèse

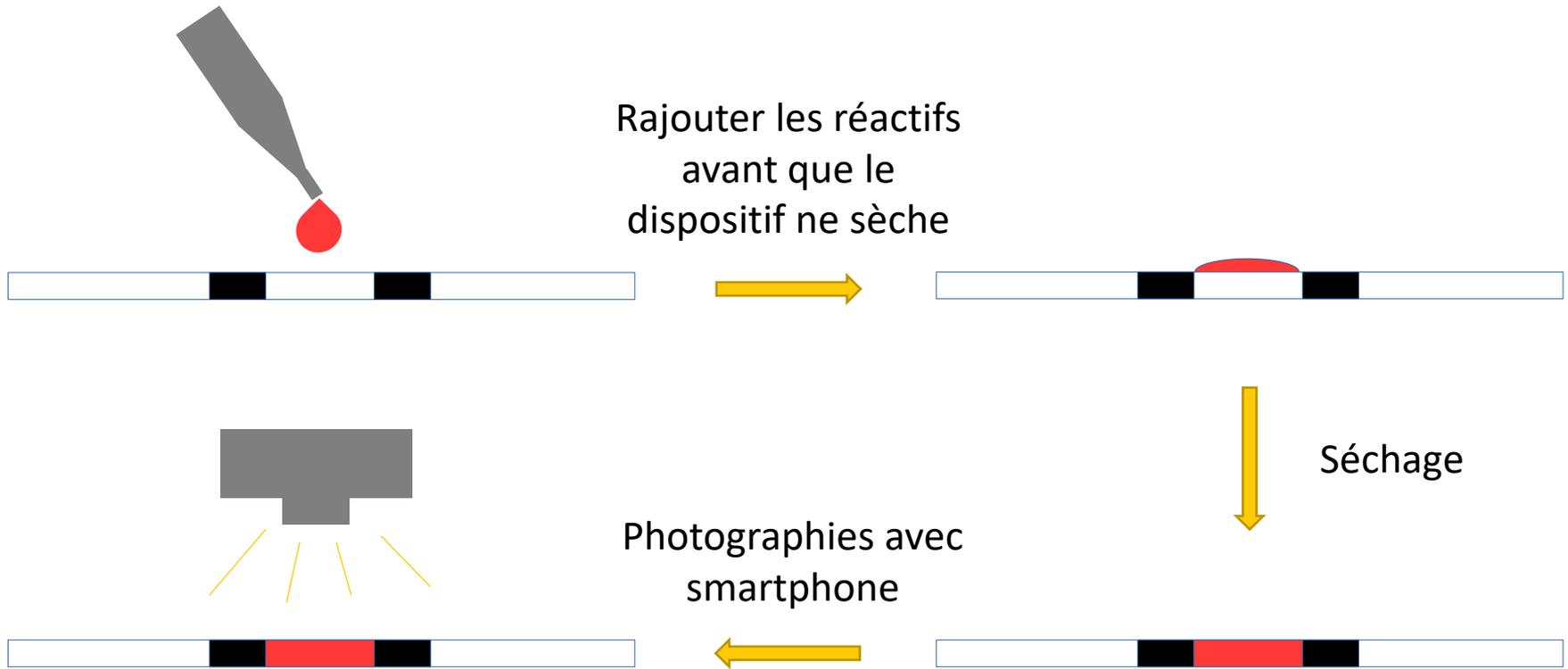
Analyse Spectroscopique

Analyse colorimétrique

Réactions de révélation

Fabrication du dispositif

Analyse des données



- Réacteurs sur papier filtre Whatman

Chaque colonne permet une répétition triple de la mesure

Chaque ligne permet de tester une solution différente

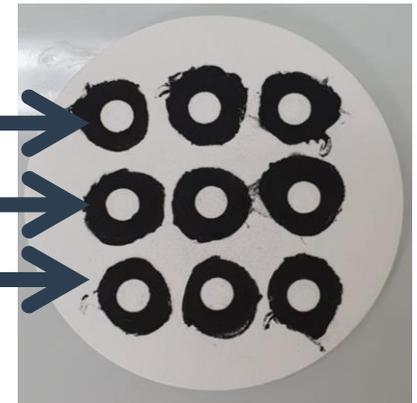


Différents essais

p-phénacétine

o-phénacétine

m-phénacétine



Différentes solutions



Vue schématique de la goutte formée dans le réacteur

Synthèse

Analyse Spectroscopique

Analyse colorimétrique

Réactions de révélation

Fabrication du dispositif

Analyse des données

- Analyse qualitative

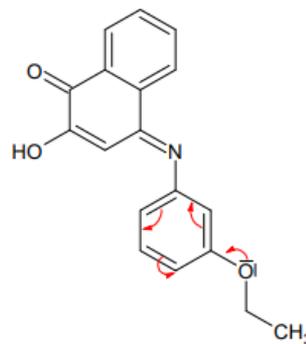
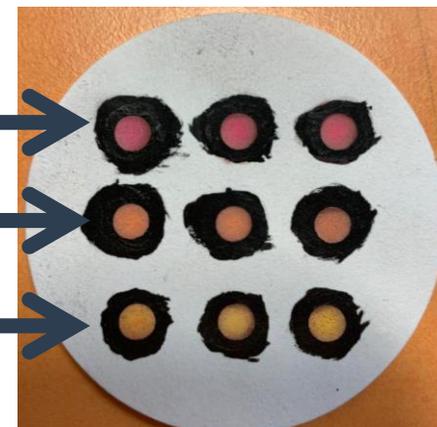
Dispositif est sensible  
à la présence de  
phénacétine

On peut distinguer les  
régioisomères à l'oeil  
nu

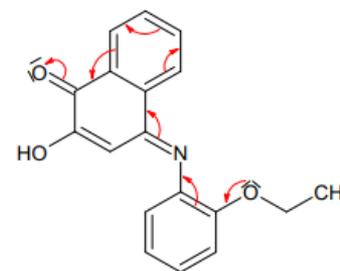
p-phénacétine

o-phénacétine

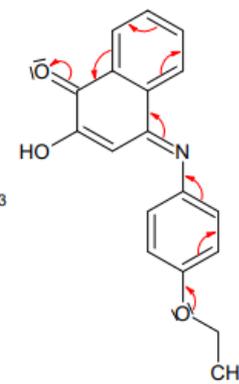
m-phénacétine



m-phénacétine



o-phénacétine



phénacétine

Synthèse

Analyse Spectroscopique

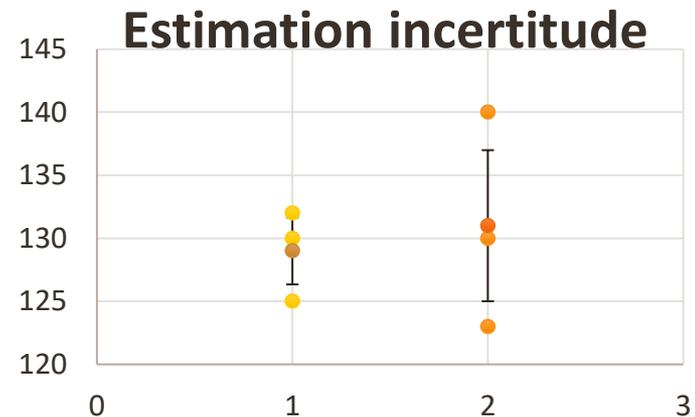
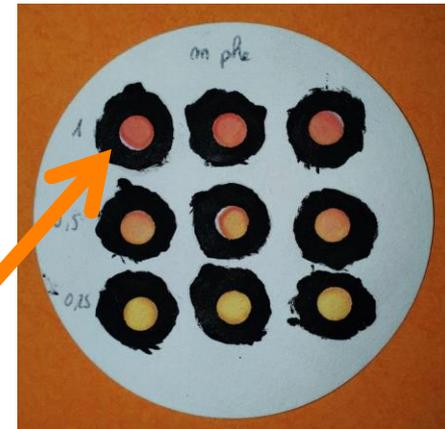
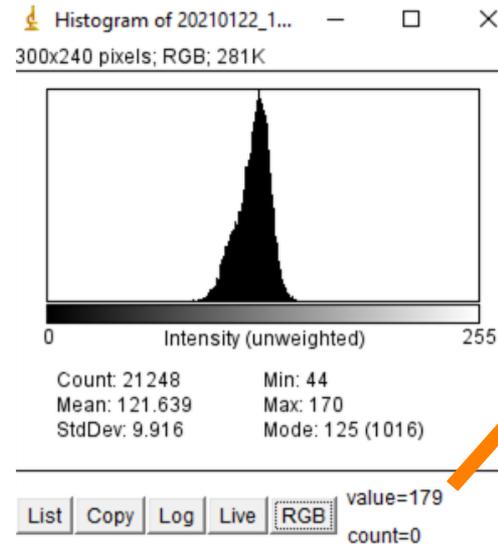
Analyse colorimétrique

Réactions de révélation  
Fabrication du dispositif  
Analyse des données

- Analyse quantitative

Utilisation du logiciel Image J pour extraire les valeurs moyennes de gris sur chaque réacteur

Incertitude de mesure estimée grâce à la dispersion des valeurs sur trois mesures (écart-type)



Synthèse

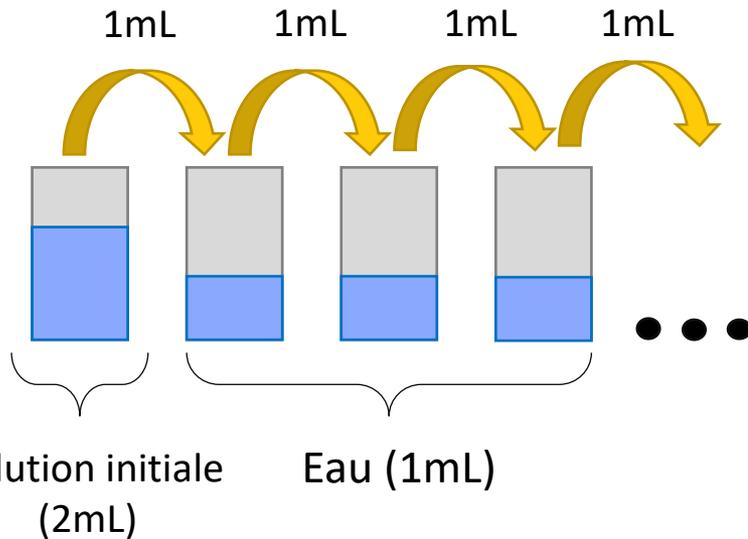
Analyse Spectroscopique

Analyse colorimétrique

Réactions de révélation

Fabrication du dispositif

Analyse des données



### Avantages:

- Simplicité
- Rapidité
- Peu couteuse

### Désavantages

- Dilutions non homogènes

Concentration mg/mL

m-phénacétine

1mg/mL

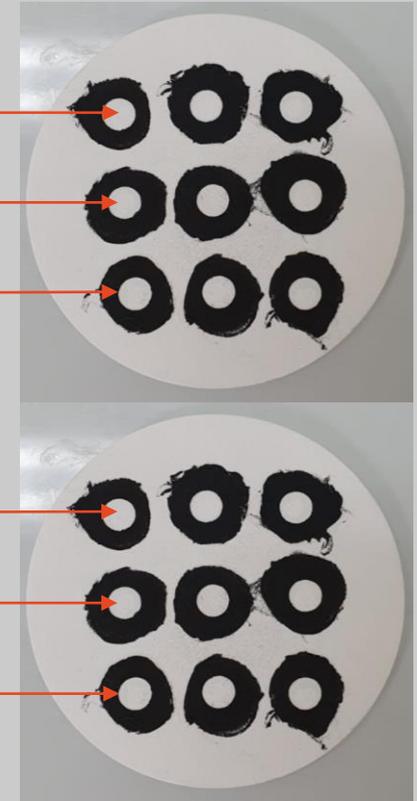
0,5 mg/mL

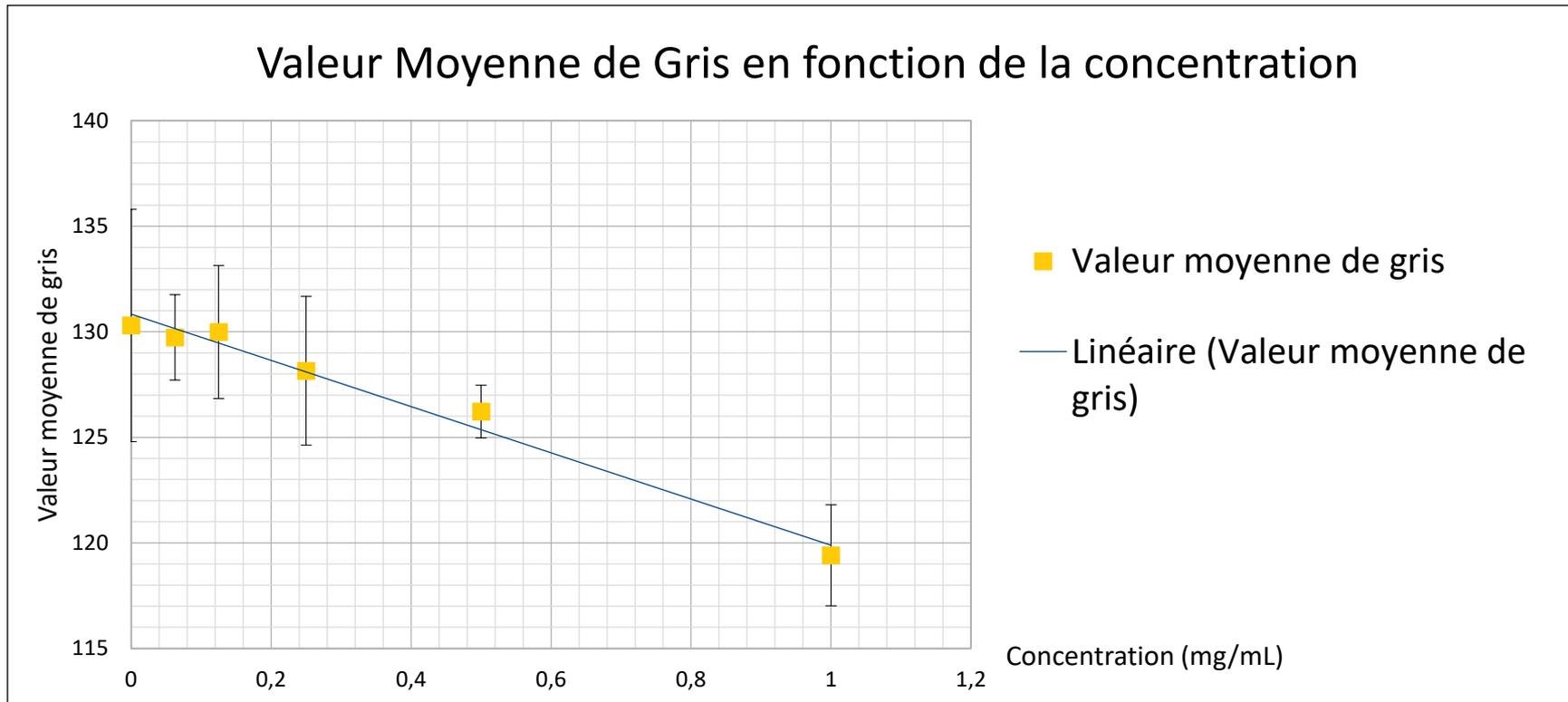
0,25 mg/mL

0,125 mg/mL

0,0625mg/mL

0 mg/mL





Confirmation du modèle affine

$$\alpha = -10,9 \text{ mL/mg}$$
$$\beta = 130,8$$

Synthèse

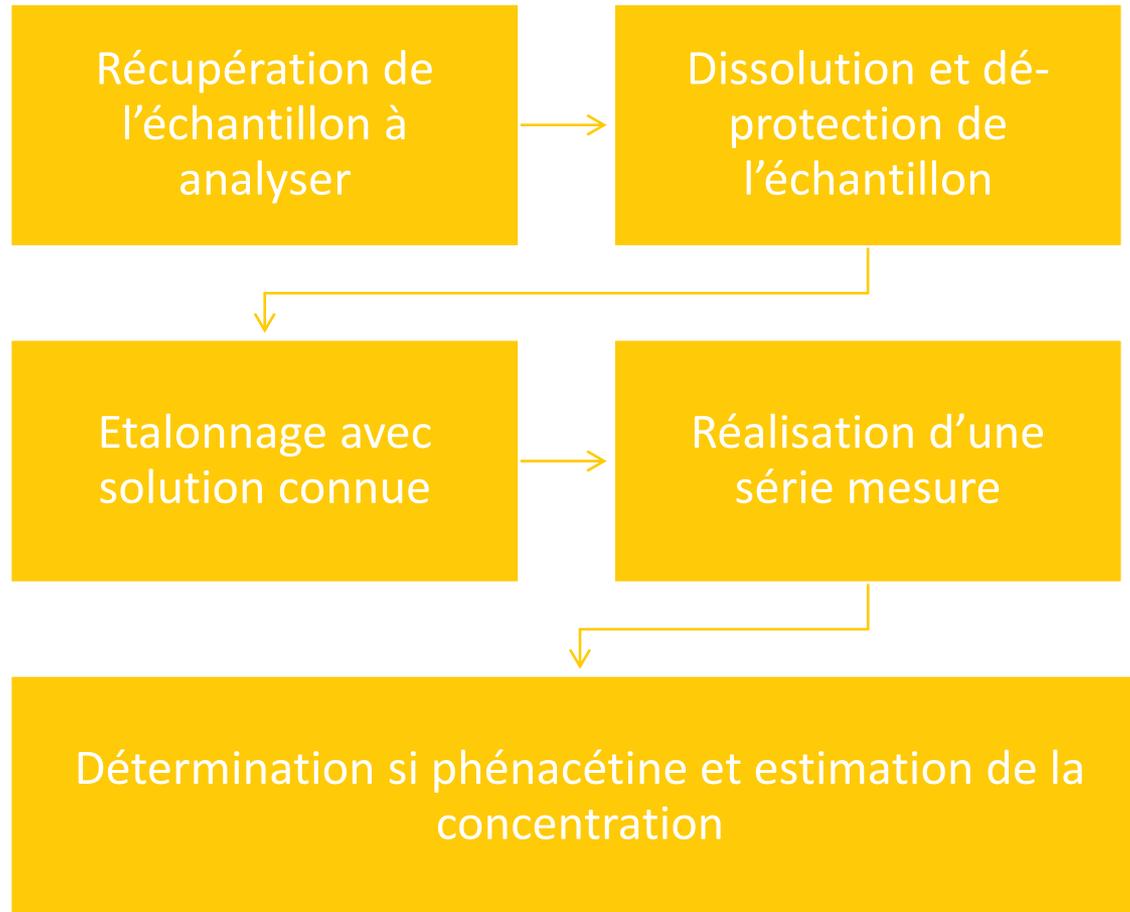
Analyse Spectroscopique

Analyse colorimétrique

Réactions de révélation

Fabrication du dispositif

Analyse des données



Synthèse

Analyse Spectroscopique

Analyse colorimétrique

Réactions de révélation

Fabrication du dispositif

Analyse des données

## Avantages

- Rapide
- Peu coûteux
- Peu de matériel nécessaire

## Limites

- Durée de l'hydrolyse

Synthèse

Analyse Spectroscopique

Analyse colorimétrique

Est-il possible de synthétiser les régioisomères de la phénacétine pourtant structurellement proches ?

- Synthèse réussie de composés purs
- Rendements corrects

Est-il possible de synthétiser les régioisomères de la phénacétine pourtant structurellement proches ?

- Synthèse réussie de composés purs
- Rendements corrects

Pouvons nous les différencier quantitativement à l'aide d'une méthode d'analyse comme la colorimétrie?

- Confirmation du modèle affine
- Sensibilité à la molécule étudiée et à sa concentration

Est-il possible de synthétiser les régioisomères de la phénacétine pourtant structurellement proches ?

- Synthèse réussie de composés purs
- Rendements corrects

Pouvons nous les différencier quantitativement à l'aide d'une méthode d'analyse comme la colorimétrie?

- Confirmation du modèle affine
- Sensibilité à la molécule étudiée et à sa concentration

La colorimétrie sur papier répond-elle à ces attentes ? Quelles sont les limites d'une telle approche ?

- Approche simple et peu coûteuse
- Nécessité d'une hydrolyse rapide

# Synthèse

## Analyse Spectroscopique

## Analyse colorimétrique

aminophénol + anhydride acétique = acétaminophène + acide acétique							
$C_6H_7NO + (CH_3CO)_2O = C_8H_9NO_2 + CH_3COOH$							
Composés	État physique	Masse (g)	Volume (mL)	Masse molaire (g.mol <sup>-1</sup> )	Densité	Quantité de matière (mol)	Équivalents
aminophénol	solide	1,00	////////	109,13	////////	$9,16 \times 10^{-3}$	1
anhydride acétique	liquide	0,94	0,8711	102,9	1,082	$9,16 \times 10^{-3}$	1

acétaminophène + bromoéthane + carbonate de potassium				=	phénacétine + ion bromure + ion potassium + ion bicarbonate			
$C_8H_9NO_2 + CH_3CH_2Br + K_2CO_3 = C_{10}H_{13}NO_2 + Br^- + 2K^+ + HCO_3^-$								
Composés	État physique	Masse (g)	Volume (mL)	Masse molaire (g.mol <sup>-1</sup> )	Densité	Quantité de matière (mol)	Équivalents	
acétaminophène	solide	0,629	////////	151,16	////////	$4,16 \times 10^{-3}$	1	
bromoéthane	liquide	////////	0,311	108,97	1,46	$4,16 \times 10^{-3}$	1	
carbonate de potassium	solide	1,73	////////	138,21	////////	$1,25 \times 10^{-2}$	3	