

Objectifs : Mettre en oeuvre un protocole expérimental pour réaliser la synthèse d'une molécule (et son identification.)

Le paracétamol est une molécule entrant dans la composition des médicaments comme le Dafalgan[®], le Doliprane[®] ... qui comptent aujourd'hui parmi les médicaments les plus utilisés en France avec l'Aspirine[®].

Le paracétamol a les mêmes propriétés analgésiques et antipyrétiques (il fait baisser la fièvre) que l'aspirine, mais à efficacité égale, il présente moins d'effets indésirables.

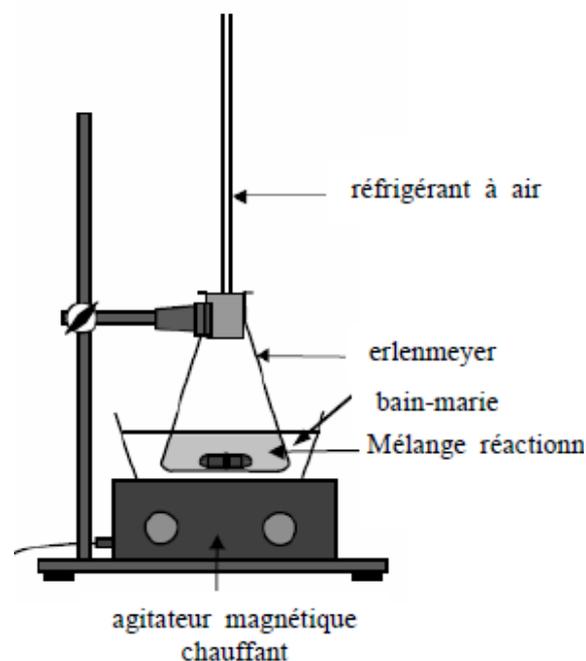
1. MANIPULATIONS :

1.1. Dissolution du para-aminophénol dans l'acide éthanoïque :

- Faire chauffer le bain-marie .
- Dans un ballon de 250 mL, introduire **2,7 g** de para-aminophénol et environ 20 mL d'une solution d'acide éthanoïque (lunettes) à l'aide d'une éprouvette graduée.
- Adapter un réfrigérant au montage.
- Placer le ballon dans le bain-marie et agiter à l'aide de l'agitateur magnétique.
- Attendre la dissolution totale du para-aminophénol et répondre aux questions :

1. Pourquoi a-t-on chauffé le mélange ?
2. Quel est l'intérêt d'un montage à reflux ?
3. Comment assure-t-on le reflux ?
4. Légendez les schémas ci-contre

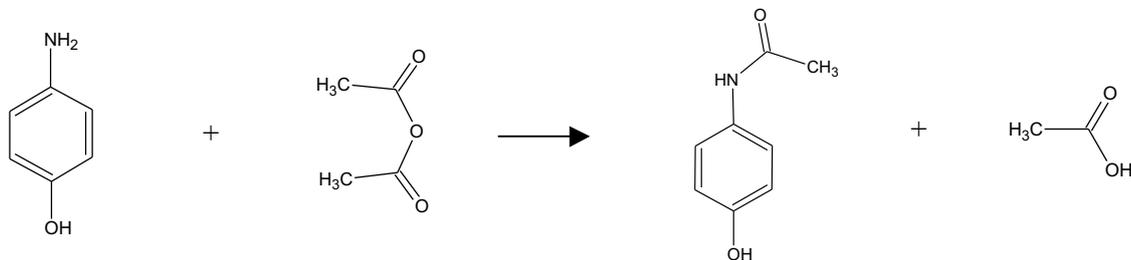
Une fois tout le para-aminophénol dissout, retirer le ballon du bain-marie, le laisser refroidir à l'air et le sécher parfaitement.



1.2. Synthèse du paracétamol :

- Ajouter alors progressivement en deux fois **sous la hotte**, **3,5 mL** d'anhydride éthanoïque (**gants et lunettes !!**). Agiter doucement entre chaque ajout.
- Chauffer de nouveau avec le réfrigérant pendant 5 minutes environ.

La transformation chimique utilisée est l'acétylation du para-aminophénol, qui peut être modélisée par la réaction chimique d'équation chimique suivante :



Données

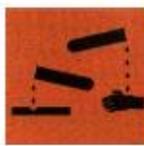
Para-aminophénol

Anhydride éthanoïque

Paracétamol

Acide éthanoïque

1-amino-4-hydroxybenzène (C ₆ H ₇ NO)	
M = 109,13 g.mol ⁻¹ T _{fus} = 186°C sous 1,013 bar	 X _n
Solubilité dans l'eau : 8 g.L ⁻¹ à 20°C 33 g.L ⁻¹ à 60°C 85 g.L ⁻¹ à 100°C	 N

Anhydride éthanoïque (C ₄ H ₆ O ₅)	
M = 102,09 g.mol ⁻¹ d = 1,08 T _{fus} = -73°C sous 1,013 bar T _{éb} = 139°C sous 1,013 bar Solubilité dans l'eau : en toute proportion	 C

Acide éthanoïque (C ₂ H ₄ O ₂)	
M = 60,05 g.mol ⁻¹ d = 1,05 T _{fus} = 17°C (décomposition) T _{éb} = 118°C sous 1,013 bar Solubilité dans l'eau : en toute proportion	 C

Paracétamol (C ₈ H ₉ NO ₂)	
M = 151,17 g.mol ⁻¹ T _{fus} = 168°C sous 1,013 bar Solubilité dans l'eau : 10 g.L ⁻¹ à 20°C 250 g.L ⁻¹ à 100°C	 C

1. A l'aide des données, justifier les états physiques de l'anhydride éthanoïque et du para-aminophénol à température ambiante.
2. Donner la signification des pictogrammes ci-dessus. Et prendre les précautions nécessaires.
3. Qu'est-ce que la solubilité d'une espèce chimique ?

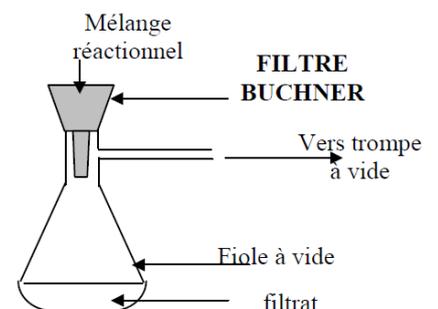
1.3. Obtention du paracétamol brut par cristallisation

- Verser le contenu du ballon dans un bécher froid.
- Refroidir le mélange dans un bain eau-glace-gros sel: des cristaux blancs apparaissent lentement par **cristallisation**.
- On peut ensuite aider la cristallisation en "raclant" le fond de l'erlenmeyer avec un agitateur en verre (création de germes). Une fois les premiers cristaux apparus, la cristallisation continue d'elle-même.

- La **cristallisation d'un solide S** dans un mélange est sa formation par **diminution de sa solubilité** dans le mélange.
- La **diminution de la solubilité du solide** peut-être due à une variation de température, une variation de pH ...
- L'existence **d'impuretés** dans la solution (particules de verre ...) favorise aussi la cristallisation.

- Lorsque la cristallisation est terminée, filtrer le solide sur **filtre büchner**, le rincer à l'eau glacée, puis le récupérer avec le papier filtre.
- Mettre le paracétamol obtenu dans une coupelle de pesée.

1. Quel est l'avantage de la filtration sur büchner par rapport à une filtration simple ?
2. Pourquoi doit-on rincer les cristaux à l'eau glacée ?



Liste du matériel :

élèves X8 :

- acide éthanoïque
- éprouvette graduée 25 mL
- bain marie
- agitateur chauffant
- erlenmeyer (petit)
- réfrigérant à air
- bécher pour cristallisation
- cristalliseur en verre
- agitateur en verre
- glace + sel
- coupelle + spatule

prof : para-aminophénol +balance
anhydride éthanoïque sous la hotte + doseur

au fond : pompe à vide + fiole de garde + fiole à vide + filtre büchner + papier filtre