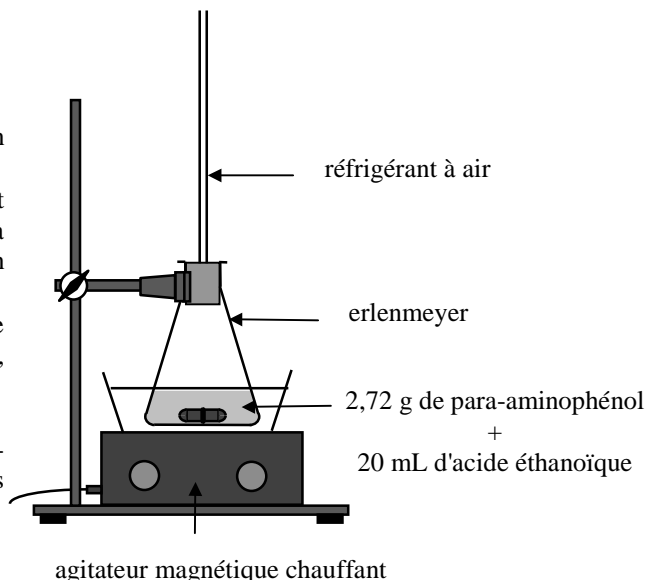


1) Dissolution du para-aminophénol dans l'acide éthanóique

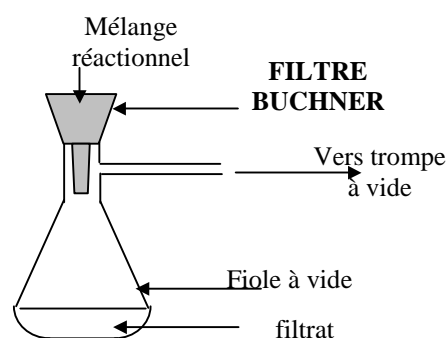
- Remplir à moitié d'eau, un récipient en aluminium et le placer sur un agitateur magnétique chauffant. Chauffer à environ 100°C.
- Dans un erlenmeyer de 250 mL, introduire **2,72 g** de para-aminophénol et environ 20 mL d'une solution d'acide éthanóique à 2 mol.L⁻¹ (lunettes) à l'aide d'une éprouvette graduée. Boucher l'erlenmeyer et agiter à la main l'erlenmeyer pour commencer la dissolution du solide.
- Adapter un réfrigérant à air au montage et placer l'erlenmeyer dans le récipient. Mettre en route l'agitation pendant une dizaine de minutes, jusqu'à dissolution totale du para-aminophénol. Pendant ce temps, lire les parties I et II du TP. Répondre aux questions.
- Une fois tout le para-aminophénol dissout, retirer l'erlenmeyer du bain-marie, le laisser refroidir à l'air, puis dans un bain d'eau froide avec des glaçons.



- Pourquoi a-t-on chauffé le mélange ?
- Quel peut être le rôle de l'acide éthanóique ?

2) Synthèse du paracétamol brut par cristallisation

- Ajouter alors progressivement en trois fois, 3,5 mL d'anhydride éthanóique (**gants et lunettes !!**). Agiter doucement entre chaque ajout.
- Refroidir le mélange dans un bain 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).



- 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 buchner**, le rincer à l'eau glacée, puis le récupérer avec le papier filtre.
- Sécher le paracétamol entre deux morceaux de papier filtre.

- Quel est l'avantage de la filtration sur buchner par rapport à une filtration simple ?
- Quel est le type de cristallisation ici ? Pourquoi doit-on rincer les cristaux à l'eau glacée ?
- Calculer les quantités initiales des réactifs. Déterminer le réactif limitant.
- Quelle serait la masse de paracétamol obtenue dans le cas d'une réaction totale ?

3) Purification du paracétamol brut par recristallisation

- Le solide obtenu peut être impur: en plus du paracétamol il peut contenir des impuretés. Afin de purifier le produit obtenu on peut procéder à une **recristallisation**.

- Une **recristallisation** consiste à **purifier un solide** en le **dissolvant à chaud** dans un solvant dans lequel il n'est **pas soluble à froid**.
- Les impuretés à éliminer sont, elles, **solubles à chaud et à froid dans le solvant utilisé**. Seul le solide à purifier est alors recristallisé lorsque le mélange se refroidit: le produit obtenu est alors très pur.

IV IDENTIFICATION DU PARACETAMOL

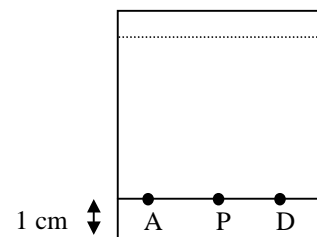
- Réaliser la chromatographie suivante:

- **A**: para-Aminophénol dans acétate de butyle (déjà prêt)
- **P**: pointe de spatule de Paracétamol de synthèse dans acétate de butyle (à préparer)
- **D**: Doliprane en poudre dans acétate de butyle (déjà prêt)

Éluant: (3 mL d'acétate de butyle, 2 mL de cyclohexane et 0,5 mL d'acide formique) déjà prêt.

Ajouter 10 gouttes d'acétone dans le bécher.

- En analysant le chromatogramme, le paracétamol préparé est-il pur ?



- Température de fusion**: mesurer la température de fusion du solide obtenu sur un **banc Kofler**. Comparer avec celle du paracétamol.

- Rendement de la synthèse**: peser une coupelle en pyrex vide. Récupérer les cristaux secs dans la coupelle et les sécher. Mesurer la masse m de paracétamol obtenu. Calculer le rendement de la réaction de synthèse. Conclure.

SYNTHESE D'UN AMIDE : LE PARACETAMOL

• Paillasse élève:

- erlenmeyer 250 mL
- réfrigérant vertical à air
- agitateur magnétique chauffant + barreau aimanté
- potence + pince + noix de serrage
- 1 éprouvette graduée 50 mL
- 1 pipette graduée de 5 mL + pipeteur
- barquette en aluminium
- bol métallique pour bain marie d'eau glacée
- glaçon et eau froide
- agitateur en verre
- capsule de pesée en verre pour récupérer le paracétamol
- minitube + bouchon

- bécher 150 mL pour chromatographie + boîte Pétri

- 2,72 g de para-aminophénol (déjà pesé)
- 3,5 mL d'anhydride éthanoïque (en tube fermé, déjà mesuré)
- flacon d'acide éthanoïque à 2 mol.L⁻¹

- 2 postes de filtration Buchner en classe prépa si possible ou dans la salle de TP (fiOLE à vide + filtre Buchner + trompe à eau)

• Paillasse prof:

- piques en bois
- minitube avec Doliprane en poudre + acétate de butyle (solution saturée)
- minitube avec para-aminophénol + acétate de butyle
- éluant: 3 mL d'acétate de butyle + 2 mL de cyclohexane + 0,5 mL d'acide méthanoïque
- lampe UV
- flacon acétone + compte goutte
- banc Koffler
- balance électronique
- plaque CMM 4 cm × 5 cm
- acétate de butyle en flacon