Sujet 6 (Banque 2006)

Sujet : Obtention et purification du paracétamol

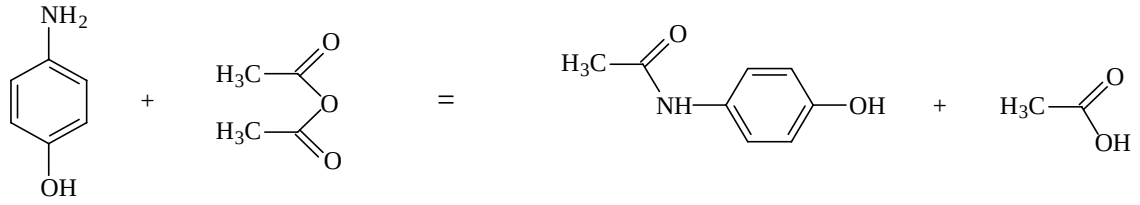
Fiche n° 3 : ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT

Ce sujet est accompagné de deux feuilles individuelles de réponses sur lesquelles vous devez consigner vos résultats.

Le port de la blouse correctement attachée est obligatoire au laboratoire de chimie.
Au cours de cette manipulation, le port des lunettes de protection est exigé ainsi que l'utilisation de la hotte.

Introduction

Le paracétamol est synthétisé au laboratoire à partir d'anhydride éthanoïque et de 4-aminophénol. L'équation associée à la réaction s'écrit :



4-aminophénol anhydride éthanoïque paracétamol acide éthanoïque

But de la manipulation :
Synthétiser le paracétamol et le purifier.

Principe :
Cristalliser le produit puis le purifier par dissolution dans l'eau chaude. On a dissous de l'aminophénol dans de l'acide acétique. Le mélange est mis à disposition à température ambiante.

Travail à effectuer :
Faire chauffer de l'eau distillée dans un erlenmeyer pour la purification des cristaux.

1. Synthèse du paracétamol

Sous la hotte et tout en agitant, on veut ajouter lentement environ 7 mL d'anhydride acétique au mélange préparé de 4-aminophénol et d'acide acétique. Répondre à la question 1. de la feuille de réponses puis procéder à l'ajout.
Le mélange s'échauffe un peu.

2. Cristallisation du paracétamol

2.1 Refroidir le mélange réactionnel dans un bain **d'eau glacée** : des cristaux de paracétamol apparaissent.

Appeler le professeur pour l'observation des cristaux (appel n° 1)

2.2 Répondre aux questions 2.1 et 2.2 de la feuille de réponses.
2.3 Filtrer le solide obtenu sous pression réduite.

Appeler le professeur pour l'observation de la filtration sous vide (appel n° 2)

2.4 Rincer le solide avec un minimum d'eau glacée, puis le récupérer dans un erlenmeyer.

3. Purification du paracétamol

3.1 Dans l'erlenmeyer contenant le solide à purifier, introduire au maximum 40 mL d'eau distillée préalablement chauffée (température supérieure à 70 °C) et continuer à chauffer le mélange placé sur un agitateur magnétique chauffant.
3.2 Si la dissolution du solide n'est pas totale, ajouter encore 10 mL d'eau très chaude.
3.3 Procéder à la cristallisation lente du paracétamol purifié.
3.4 Répondre aux questions 3.1 à 3.3 de la feuille de réponses.
3.5 Filtrer sous pression réduite les cristaux obtenus et les récupérer dans une coupelle.

Appeler le professeur pour lui montrer le solide obtenu (appel n° 3)

4. Terminer de répondre aux questions de la feuille de réponses.

Nettoyer le matériel utilisé et le ranger avant de quitter la salle.

Le candidat doit restituer ce document avant de sortir de la salle d'examen.

Données :

	aspect à température ambiante	risques	solubilité dans l'eau		température de fusion sous 10^5 Pa (1 bar)
			froide	chaude	
4-aminophénol	solide blanc		peu soluble	peu soluble	184 °C
anhydride éthanoïque	liquide incolore	corrosif, inflammable et irritant pour la peau et les yeux	réagit avec l'eau en donnant l'acide dont il est issu	réagit avec l'eau en donnant l'acide dont il est issu	
paracétamol	solide blanc		peu soluble	soluble	168 °C
acide éthanoïque	liquide incolore	odeur piquante	soluble	soluble	17 °C