**TP Synthèse du paracétamol.**

Au laboratoire, on prépare ainsi le paracétamol par réaction de l’anhydride éthanoïque avec le para-aminophénol selon l’équation de réaction suivante :



Partie 1 : s’approprier

1-Légender et expliquer le schéma du dispositif de chauffage à reflux donné en annexe.

2-Légender le schéma de l’ensemble de filtration sous vide donné en annexe. Quel est l’avantage de ce système par rapport à une filtration normale ?

3- Rechercher le principe de la recristallisation lors de la synthèse organique. Comment doit-on choisir le solvant utilisé, et quelle quantité de solvant doit-on mettre ?

Partie 2 : Réaliser : Les étapes de la synthèse

**Etape 1 : dissolution**

* Introduire dans un erlenmeyer 5,45 g de para-aminophénol, environ 4 mL d’acide éthanoïque pur et 25 mL d’eau; placer dans un bain-marie à 80 °C sur un agitateur magnétique chauffant ; adapter un réfrigérant à eau, puis agiter pendant 10 minutes.
* Retirer alors l’erlenmeyer du bain-marie, laisser refroidirà l’air puis dans un bain d’eau froide ; le para-aminophénol a été dissout dans l’acide éthanoïque.

**Etape 2 : synthèse**

* Sous la hotte, enfiler des gants et introduire lentement, tout en agitant 7,0 mL d’anhydride éthanoïque ; le mélange s’échauffe un peu.
* Ramener l’erlenmeyer avec son bouchon sur votre paillasse.
* Le refroidir dans un bain eau-glace : des cristaux blancs apparaissent lentement.

**Etape 3 : filtration et rinçage**

* Lorsque la cristallisation semble terminée, **filtrer** le solide obtenu **sous pression réduite**, le rincer à l’eau glacée, et le récupérer dans un petit erlenmeyer.
* Le produit ainsi obtenu est impur, en cristallisant il a emprisonné des impuretés, il faut le purifier par recristallisation

**Etape 4 : recristallisation**

* Introduire environ 40 mL d’eau bouillante dans l’erlenmeyer contenant le paracétamol à purifier et maintenir ce mélange à ébullition tout en agitant : le précipité se redissout.
* Si cette redissolution n’est pas totale, ajouter encore 10 mL d’eau bouillante.
* Laisser ensuite refroidir la solution d’abord à l’air libre puis dans un bain eau-glace : des cristaux très blancs apparaissent progressivement.
* Filtrer à nouveau sous pression réduite et sécher les cristaux entre 2 morceaux de papier filtre.
* Les récupérer dans un verre de montre et les placer dans une étuve à 80°c pendant environ une demi-heure ; déterminer la masse mP du produit sec obtenu.

**Etape 5 : identification du solide obtenu**

On peut utiliser 2 méthodes :

* Prendre le point de fusion avec un banc de Kofler
* Réaliser une chromatographie sur couche mince (CCM)

Mode opératoire : sur une plaque de silice, effectuer les dépôts des solides dissous dans l’éthanol :

 éluer avec un mélange de solvants organiques, puis révéler à l’aide d’une lampe UV.

* Spectre RMN