

La phénacétine

La phénacétine ou N-(4-éthoxyphényl)éthanamide, composé analgésique et antipyrétique, peut être préparée à partir du 4-aminophénol.

Documentation (ce soir à la maison...):

<http://fr.wikipedia.org/wiki/Phénacétine> + Document de l'OFDT (blog)

Quelques données (sécurité et solubilités)

- Paraaminophénol très peu soluble dans l'eau (0,8 g dans 100 cm³ à 30°C)
(8,5 g dans 100 cm³ à 96°C);
très soluble dans l'éthanol à chaud et à froid;
se décompose à l'air ou à la lumière;
toxique par contact ou inhalation.
- Paracétamol très légèrement soluble dans l'eau froide, beaucoup plus soluble à chaud;
soluble dans l'éthanol à chaud et à froid.
- Phénacétine - solubilité dans l'eau: 1 g dans 1310 cm³ d'eau froide;
1 g dans 85 cm³ d'eau bouillante;
- solubilité dans l'éthanol: 1 g dans 15 cm³ d'éthanol froid;
1 g dans 3 cm³ d'éthanol bouillant.
- anhydride acétique **substance corrosive et inflammable (point éclair 64°C)**
- sodium F = 98°C, température d'autoinflammation 115°C, se conserve dans l'éther de pétrole.
PRODUIT TRÈS DANGEREUX
- Iodoéthane légèrement soluble dans l'eau avec décomposition lente.
Soluble dans l'éthanol en toutes proportions.
Inflammable (point éclair: 53°C).
- Ethanol absolu soluble dans l'eau en toutes proportions
très inflammable (point éclair 9°C).
- Ether diéthylique **extrêmement inflammable** (point éclair: -40°C).
- Toluène nocif par inhalation
très inflammable (point éclair: 4°C).
- Acide acétique **corrosif;**
inflammable (point éclair: 40°C)
- Méthanol **très toxique par inhalation et ingestion;**
très inflammable (point éclair: 12°C).

MODE OPÉRATOIRE POUR LA PREMIÈRE ÉTAPE

Préparation du paracétamol

Introduction (prendre le cours) : Pourquoi ? Comment ? Sélectivité ? Chimie verte ?

La manip

- Dans un ballon de 100 cm³ introduire 5 g de 4 - aminophénol. Equiper le ballon d'un réfrigérant, et d'un chauffe ballon.
- En agitant vigoureusement, ajouter par le haut du réfrigérant 15 cm³ d'eau puis 6 cm³ d'anhydride éthanoïque (lunettes obligatoires).
- Porter le mélange à reflux **modéré** (pas plus de 2 gouttes /seconde de reflux) pendant environ 30 minutes.
- Refroidir.
- Filtrer sous pression réduite (entonnoir büchner) et laver avec de l'eau glacée.
- Sécher soigneusement sur papier filtre, puis à l'étuve à 90°C pendant une demi-heure maximum.
- Peser le produit.
- *Si le temps le permet, mettre en œuvre une recristallisation **de la moitié** du produit brut obtenu (solvant eau + éventuellement un peu d'éthanol ajouté à chaud – voir pendant la séance avec le professeur). Le produit purifié sera séché et pesé.*
- Si nous n'avons pas le temps de recristalliser, nous séchons et pesons notre produit recristallisé, puis nous l'analysons.

1) Contrôle de la synthèse par CCM

On chromatographiera sur la même plaque: le para-aminophénol de départ, le paracétamol obtenu à l'issue de la première étape et du paracétamol commercial servant de référence.

Les échantillons (environ 0,1 g) seront dissous dans 10 cm³ d'éthanol absolu.

Eluant: toluène-éther diéthylique-acide acétique-méthanol (60-30-9-1).

Révélation: sous UV ou sur vapeurs d'iode.

- 2) Contrôle de la synthèse par mesure des températures de fusion
- 3) Rendements (en brut et en pur)