

## 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 cm<sup>3</sup> à 30°C)  
(8,5 g dans 100 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> d'eau froide;  
1 g dans 85 cm<sup>3</sup> d'eau bouillante;  
- solubilité dans l'éthanol: 1 g dans 15 cm<sup>3</sup> d'éthanol froid;  
1 g dans 3 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> d'eau puis 6 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> 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)