

Commentaires sur les aspects risque/précautions/sécurité etc. (en bleu) autour d'un protocole classique de synthèse du paracétamol si on décide de réaliser ce TP sachant que le 4-aminophénol est classé CMR 3.

(blouse et lunettes jamais enlevées, gants)

Le protocole est classique mais :

La réaction est mise en œuvre obligatoirement dans un montage type reflux.

Le ballon (monocol) est sécurisé (tenu par une pince), le réfrigérant positionné verticalement est guidé par une deuxième pince qui n'est pas serrée à fond. Le support élévateur, lorsque le chauffe-ballon sera au contact du ballon, est en position dite ouverte (sinon, énorme souci de sécurité si la réaction s'emballe et qu'il faut cesser rapidement de chauffer)

- Dans un ballon de 100 cm³ introduire 5 g de 4 - aminophénol.

La pesée a donc été réalisée sous hotte, avec des gants.

Le transfert quantitatif du 4-aminophénol du sabot de pesée vers le ballon peut poser problème :

- o Soit on utilise classiquement une partie des 15 mL d'eau à ajouter par la suite pour rincer le sabot dans le ballon.
- o Soit on réalise la pesée directement dans le ballon. Mais attention au col du ballon, il ne doit pas être graissé, car alors des grains 4-aminophénol pourraient y rester accrochés.

Ces commentaires visent à montrer que l'on doit impérativement éviter toute présence de 4-aminophénol en dehors du pot collectif de prélèvement, des sabots de pesée et des fonds de ballons.

Les élèves doivent donc être prévenus afin de se montrer particulièrement soigneux lors de cette pesée.

- Equiper le ballon d'un réfrigérant (**Graissé**), et d'un chauffe ballon.
- En agitant vigoureusement...

Chauffe-ballon agitant fortement recommandé, sinon agitation manuelle d'un montage à reflux en le tenant par la pince qui tient le ballon (ce qui suppose bien (voir plus haut) qu'il n'y a pas de pince serrée au niveau du réfrigérant). Si agitation manuelle telle que proposée, enlever les gants car on se trouve à proximité d'une zone de chauffage électrique (au moindre contact avec la grille chaude, les gants resteront collés)

... ajouter par le haut du réfrigérant 15 cm³ d'eau puis 6 cm³ d'anhydride éthanoïque.

Lunettes strictement obligatoires, ajouts par à-coups, en surveillant le contenu du ballon à chaque arrivée de liquide en bas du montage et particulièrement lors de l'addition d'anhydride éthanoïque.

L'anhydride a été prélevé sous sorbonne ventilée, gants et lunettes strictement obligatoires :

- Soit on a un pipeteur automatique réglé sur 6 mL et vissé sur le flacon du laboratoire.
- Soit on prélève dans un petit bécher (ou un petit erlenmeyer) à l'aide d'une burette disposée dans la sorbonne.

Le retour à la paillasse élève se fait en évitant au maximum les émanations d'anhydride éthanoïque :

- On couvre le bécher avec la main (gantée) pendant le trajet.
- On a prélevé dans un erlenmeyer non rodé que l'on bouche pendant le trajet.
- Porter le mélange à **reflux modéré (pas plus de 2 gouttes /seconde de reflux)** pendant environ 30 minutes.

Si le chauffe-ballon n'a pas d'agitation magnétique intégrée, on ne va pas pouvoir agiter longtemps à la main sans se brûler. Il faut compter sur une agitation manuelle qui permet d'obtenir un milieu homogène puis sur la présence de billes de verre qui aideront à une ébullition régulière et à des convections bien réparties.

- Refroidir.

Ne pas démonter le réfrigérant tant que le milieu n'est pas convenablement refroidi :

Le ballon étant sécurisé et le support étant en position ouverte, il est aisé de remplacer le chauffe ballon par un bain d'eau froide. On peut, pendant cette phase de refroidissement, mettre en œuvre une agitation manuelle (voir plus haut), avec un chiffon qui permettra d'attraper le point du montage à tenir (au niveau de la pince, du col du ballon) sans se brûler.

Pas de gants pendant cette phase de refroidissement.

- Filtrer sous pression réduite (entonnoir büchner)...

Lunettes strictement obligatoires autour d'une filtration sous pression réduite : verrerie séparant deux zones à des pressions différentes, projections fréquentes si les élèves ont la mauvaise idée d'apporter l'eau de lavage à coup de pissette...

... et laver avec de l'eau glacée (protocole habituel de lavage sur un entonnoir buchner). Contrôle de l'eau de lavage (papier pH) avant de passer à la suite.

- Sécher soigneusement sur papier filtre (**gants strictement obligatoires**), puis à l'étuve à 90°C pendant une demi-heure maximum (si le temps le permet).
- Peser le produit.
- Analyses : CCM (**gants**) ou mesure de température de fusion sur banc Kofler (**pas de gants**)

- *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.*

Cette manip peut être prolongée en transformant le paracétamol en phénacétine, étape qui nécessite l'utilisation de sodium solide et qui permet encore mieux de mettre en avant les notions de risques, de précaution et de sécurité (l'ensemble des deux étapes amène des discussions intéressantes sur la sélectivité, etc.)