

Note du groupe baccalauréat :

Le texte ci-dessous correspond à un document décrivant un protocole expérimental, distribué aux élèves en séance de travaux pratiques. Les questions qui s'adressent au candidat sont posées à la suite de ce document. Il s'agit de répondre à des questions à propos d'un texte en réinvestissant les connaissances acquises.

Document décrivant un protocole expérimental distribué aux élèves au début d'une séance de travaux pratiques.

SYNTHÈSE DU PARACÉTAMOL

I. BUT

Préparer du paracétamol, purifier le produit brut et identifier le paracétamol formé.

II. PRÉPARATION

1. Principe

Elle est réalisée à partir d'un composé A de formule $(\text{CH}_3 - \text{CO})_2 \text{O}$ et du 1-amino-4-hydroxybenzène selon la réaction d'équation-bilan (1) :



Cette réaction est exothermique.

2. Protocole opératoire

tableau de données

	état physique 25 °C, 1 bar	densité	température de fusion en °C	température d'ébullition sous 1 bar en °C
1-amino-4-hydroxybenzène	solide		186	
composé A	liquide	1,08	- 73	136
acide éthanoinique	liquide	1,03		118
paracétamol	solide		171	

Les masses molaires atomiques exprimées en $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$: $M(\text{H}) = 1$; $M(\text{C}) = 12$; $M(\text{N}) = 14$; $M(\text{O}) = 16$

Dans un erlenmeyer, on introduit successivement une masse $m = 2,8 \text{ g}$ de 1-amino-4-hydroxybenzène, 25 cm^3 d'eau et 2 cm^3 d'acide acétique pur. L'erlenmeyer est placé dans un bain marie à 80 °C et le mélange réactionnel est agité jusqu'à la dissolution complète.

Après avoir refroidi le mélange, on introduit lentement un volume $V = 3,5 \text{ cm}^3$ du composé A mesuré à l'éprouvette, tout en agitant.

En plaçant l'erlenmeyer dans un bain d'eau glacée, le paracétamol formé, ou paracétamol brut (PB), précipite sous forme de cristaux. Après filtration, lavage avec un peu d'eau et séchage, on pèse le paracétamol brut (PB) obtenu. Sa masse m_1 est égale à $3,2 \text{ g}$

III. RECRISTALLISATION

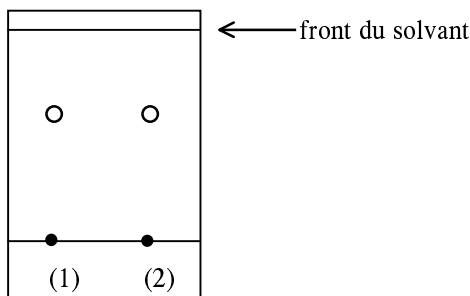
Les cristaux de paracétamol brut sont ensuite dissous dans 20 cm^3 d'eau bouillante. La solution est ensuite refroidie dans de la glace jusqu'à la cristallisation, aussi complète que possible, du paracétamol recristallisé (PR).

Après filtration, lavage à l'eau et séchage en étuve, on pèse le paracétamol recristallisé (PR). Sa masse m'_1 est égale à $2,01 \text{ g}$.

IV. CHROMATOGRAPHIE

On réalise une chromatographie du paracétamol recristallisé (1) et de paracétamol pharmaceutique (2) avec pour éluant, un mélange (60 et 40 % en volume respectivement) de dichlorométhane et d'éthanol.

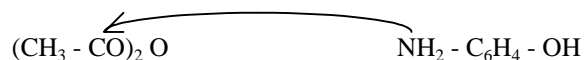
On obtient le chromatogramme suivant :



Note technique à l'attention du professeur : selon le mode d'impression du fichier informatique, les points peuvent se trouver décalés : les aligner correctement avant reproduction.

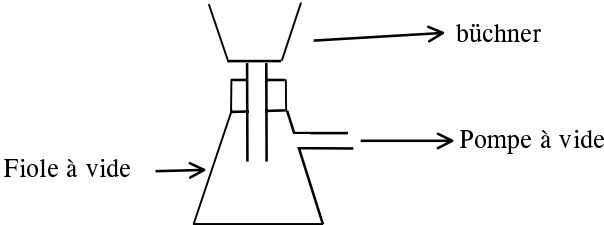
QUESTIONS

1. Donner le nom et la formule semi-développée du composé A. Donner également le nom et la formule du produit de la réaction qui accompagne la formation de paracétamol.
2. L'attaque nucléophile intervenant dans la réaction de formation du paracétamol, entre les deux réactifs, est symbolisée par la flèche ci-dessous :



Représenter les structures de Lewis de ces deux composés et indiquer les sites électrophile et nucléophile qui sont concernés dans cette réaction de formation du paracétamol.

3. Faire le schéma annoté du montage de filtration sous vide du paracétamol.
4. Après la préparation du paracétamol brut, on réalise une recristallisation. Quel est l'intérêt d'effectuer cette opération ?
5. Interpréter le chromatogramme obtenu.
6. Donner le nom d'un procédé simple, autre que la chromatographie, que l'on peut utiliser pour identifier le paracétamol formé.
7. **a.** Calculer les quantités de matière des réactifs introduits. Quel est le réactif en excès ?
b. Pourquoi peut-on utiliser des éprouvettes graduées pour mesurer les volumes de l'acide éthanoïque et du composé A ?
8. Calculer la masse de paracétamol que l'on peut théoriquement obtenir. Calculer le rendement de la réaction en paracétamol recristallisé.

Réponses attendues	Barème	Commentaires
<p>1. Le nom du composé A est l'anhydride éthanoïque ; sa formule semi-développée est :</p> $\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{O} \\ \parallel \quad \parallel \\ \text{CH}_3 - \text{C} - \text{O} - \text{C} - \text{CH}_3 \end{array}$ <p>Le produit de la réaction qui accompagne la formation du paracétamol est l'acide éthanoïque. Sa formule semi-développée est :</p> $\begin{array}{c} \text{CH}_3 - \text{C} - \text{OH} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$ <p>2. Les représentations de Lewis des composés sont :</p> $\begin{array}{c} \text{H} \quad \text{O} \quad \text{O} \quad \text{H} \\ \quad // \quad // \quad \\ \text{H} - \text{C} - \text{C} - \text{O} - \text{C} - \text{C} - \text{H} \\ \quad \quad \quad \\ \text{H} \quad \quad \quad \text{H} \end{array} \quad \text{et} \quad \begin{array}{c} \text{NH}_2 - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{OH} \\ \uparrow \\ \text{site nucléophile} \end{array}$ <p>sites électrophiles site nucléophile</p> <p>3. Schéma du montage de filtration sous vide</p>  <p>4. La recristallisation permet la purification du produit en éliminant un certain nombre d'impuretés.</p> <p>5. Il n'y a qu'une seule tache. Il s'agit donc d'un produit pur. C'est du paracétamol puisque sa tache se trouve à la même distance de la ligne de base de celle du paracétamol pharmaceutique.</p> <p>6. Détermination de la température de fusion du composé recristallisé (au banc Köfler par exemple).</p> <p>7. a. Les quantités de matière des composés A et C₆H₇NO introduites dans le milieu réactionnel sont :</p> $n_{\text{introduit}}(\text{A}) = \frac{d.V}{M} = \frac{3,5 \cdot 1,08}{102} = 3,7 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ $n_{\text{introduit}}(\text{C}_6\text{H}_7\text{NO}) = \frac{2,8}{109} = 2,6 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$ <p>D'après l'équation-bilan (1), la relation stoechiométrique est :</p> $n_{\text{ayant réagi}}(\text{A}) = n_{\text{ayant réagi}}(\text{C}_6\text{H}_7\text{NO})$ <p>On constate que le composé A est introduit en excès.</p> <p>7. b. Le composé A étant introduit en excès, son volume peut donc être mesuré à l'éprouvette graduée. L'acide éthanoïque n'est pas un réactif de la réaction, son volume peut lui aussi être mesuré à l'éprouvette graduée.</p> <p>8. La masse de paracétamol que l'on peut obtenir théoriquement est égale à</p> $m = n_{\text{formé}}(\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2) \cdot M$ <p>avec $n_{\text{formé}}(\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2) = n_{\text{introduit}}(\text{C}_6\text{H}_7\text{NO}) = 2,6 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$</p> <p>soit $m = 3,93 \text{ g}$</p> <p>Le rendement est alors égal à $\rho = \frac{2,01}{3,93} = 0,51$ ou 51 %</p>		<p>On admettra le schéma du dispositif de filtration simple.</p>