

## TP 1 : Synthèse de l'acétanilide à partir de l'aniline

L'acétanilide, aussi appelé acétylaniline ou acétylaminobenzène, a des propriétés analgésiques. Elle se classe dans la même catégorie de médicaments que le paracétamol. Elle fut commercialisée sous le nom d'antifébrine®. En 1948, Julius Axelrod<sup>4</sup> et Bernard Brodie<sup>5</sup> ont découvert que l'acétanilide était beaucoup plus toxique dans ses utilisations que les autres médicaments, endommageant notamment le foie et les reins. C'est donc un médicament abandonné à ce jour. De plus, ce composé est souvent responsable de méthémoglobinémie mortelle (taux important d'une protéine dérivée de l'hémoglobine, la méthémoglobine, dans le sang). Il est toujours utilisé comme intermédiaire de synthèse dans la chimie des colorants notamment.



### Données

Espèce chimique	Aniline	Acétanilide	Anhydride éthanoïque	Acide éthanoïque
M en g/mol	93,0	135	102	60
Densité d	1,02	1,2	1,08	1,05
T fusion °C	- 6,3	115	- 73	16

### Mode opératoire

- Dans un ballon rodé propre et sec, introduire lentement 7,0 ml d'acide éthanoïque qui joue ici le rôle de solvant, 7,0 ml d'anhydride éthanoïque, 5,0 ml d'aniline, quelques grains de pierre ponce et un turbulent ;
- Adapter sur le ballon rodé un réfrigérant à boules ; chauffer modérément avec un chauffe ballon pendant environ 15 minutes ;
- Remplacer le chauffe-ballon par un agitateur magnétique et verser immédiatement par le sommet du réfrigérant 10 ml d'eau sans attendre le refroidissement en faisant attention aux vapeurs chaudes et acides, agiter modérément ;
- Ajouter 50 ml d'eau froide et agiter à température ambiante jusqu'à apparition des cristaux, éventuellement utiliser un bain d'eau glacée ;

- Lorsque les premiers cristaux blancs apparaissent, ajouter 50 ml d'eau froide et refroidir le ballon dans la glace jusqu'à cristallisation complète
- Filtrer sur Büchner en lavant les cristaux à l'aide d'une partie de l'eau glacée ayant servi à refroidir le ballon (penser à rincer le ballon).
- Prélever une petite pointe de spatule de l'acétanilide que l'on gardera pour la mesure de la température de fusion.
- Faire chauffer 50 ml d'eau dans un bécher. Verser cette eau chaude dans le ballon et agiter jusqu'à dissolution complète.
- Verser la solution dans le bécher et mettre celui-ci à refroidir dans le mélange eau-glace.
- Attendre la recristallisation.
- Filtrer à nouveau sur Büchner.
- Sécher les cristaux sur papier filtre.

### Questions

- Faire un schéma du dispositif de chauffage à reflux en indiquant le nom des pièces de verrerie ?
- Dans quel sens l'eau circule-t-elle dans le réfrigérant ? Pourquoi cela est-il nécessaire ?
- Calculer les quantités de matière des réactifs utilisés ?
- Quel est le réactif en excès ?
- Calculer la masse théorique de l'acétanilide ?
- Calculer le rendement de la réaction ?
- Déterminer le point de fusion du produit brut et pur obtenu et le comparer au point de fusion théorique ?
- Rappeler les principales étapes d'une recristallisation.