#### Compétences expérimentales

- Réaliser un produit synthétique : l'aspirine ;
- Réaliser un montage à reflux, avec réfrigérant à air;
- Contrôler rigoureusement la température.

L'aspirine est le médicament le plus utilisé dans le monde. Sa formule semi-développée est reproduite ci-contre.

### 1 La réaction

La réaction de synthèse, telle que découverte à son insu par le chimiste français GERHARDT en 1853, consiste à faire réagir de l'acide salicylique (extrait de l'écorce de saule, ci-contre) avec de l'anhydride éthanoïque (obtenu par déshydratation du vinaigre).



Salix alba

$$\begin{array}{c|c} & & & \text{H}_3\text{C} \\ & + & \text{O} \\ \text{OH} & & \text{H}_3\text{C} \end{array} \text{C=O}$$

$$\begin{array}{c|c} \rightarrow & & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & \\ & & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ &$$

On ajoute aux deux réactifs cinq gouttes d'acide sulfurique concentré jouant le rôle de catalyseur (le catalyseur accélère la réaction).

## 2 Mode opératoire

Ne perdez pas une minute, le temps est compté!

- Avant toute chose, préparer le bain-marie à 60°C, en commençant à chauffer de l'eau dans les bassines métalliques à l'aide des becs électriques.
- Introduire dans l'erlenmeyer, une masse de 5,0 g d'acide salicylique, solide blanc toxique, mesurés à la balance de précision au bureau; ne pas oublier de faire la tare au moment du prélèvement!
- Sous la hotte, avec des gants, verser dans l'erlenmeyer 7 mL d'anhydride éthanoïque, liquide très corrosif et avide d'eau, prélevés à l'éprouvette graduée, puis 5 gouttes d'acide sulfurique, prélevés avec une pipette plastique;
- Toujours sous la hotte, connecter le réfrigérant à air sur l'erlenmeyer; nous sommes maintenant protégés des vapeurs acides.
- Chauffer à 60°C pendant 20 minutes, sans jamais dépasser cette température, en agitant doucement et régulièrement.

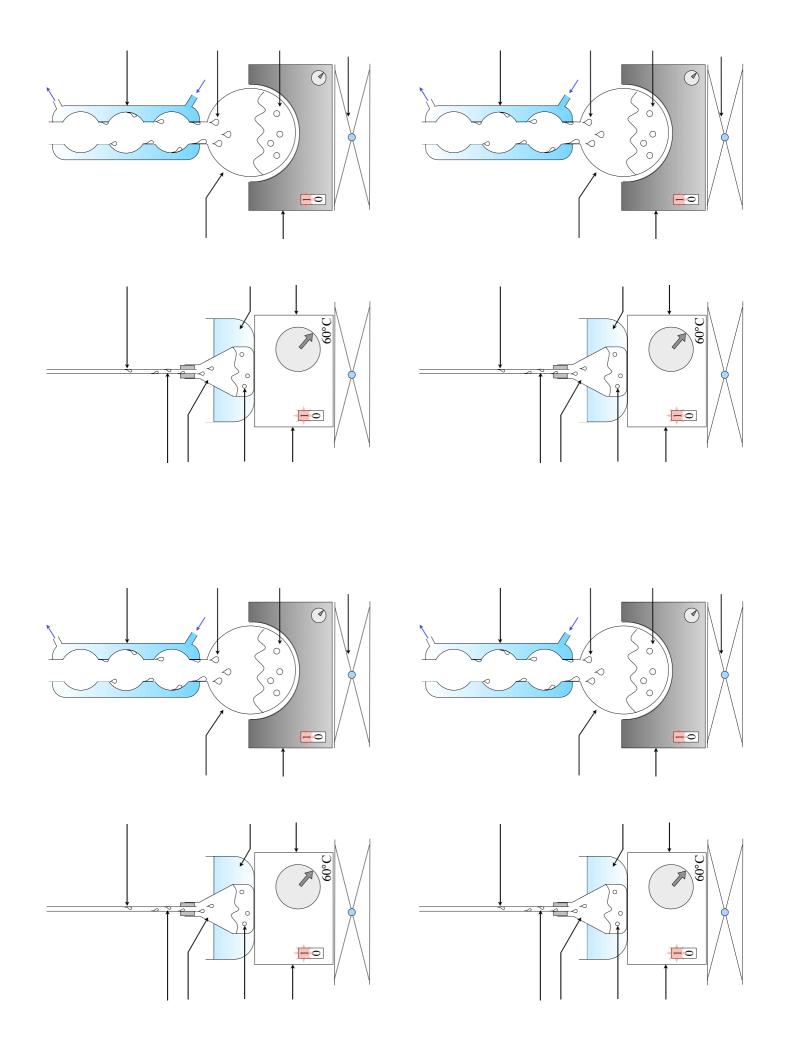
On utilisera ce temps mort pour compléter le schéma du montage, avec comme légende : réfrigérant à air, bouchon à un trou, erlenmeyer, mélange réactionnel, bain-marie à 60° C, support, bec électrique, et comme titre : Montage à reflux avec réfrigérant à air.

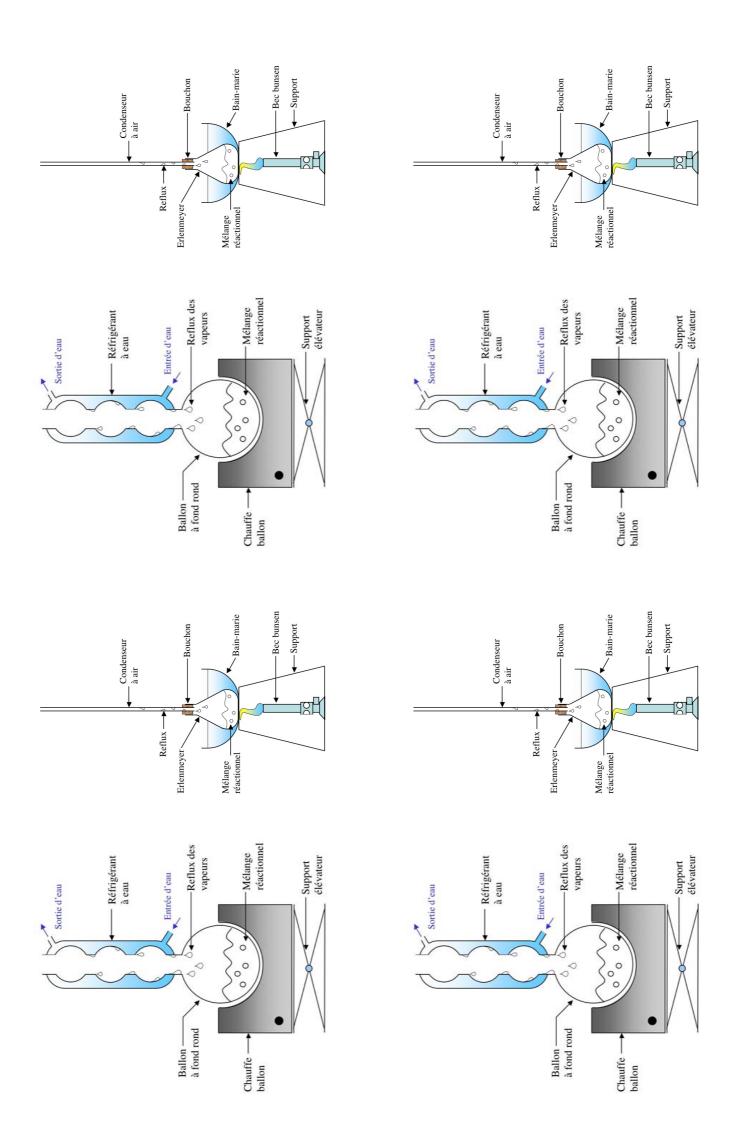
## 3 Séparation de l'aspirine

L'aspirine synthétisée est partiellement dissoute dans les restes de réactifs de la réaction. Il faut la séparer.

- Sortir l'erlenmeyer du bain-marie, et le refroidir sous un filet d'eau froide, tout en agitant. Ne pas ôter le condenseur à air, il nous protège des vapeurs, en assurant un reflux de celles-ci dans le milieu réactionnel.
- Dans le même temps, vider prudemment la bassine d'eau chaude, et préparer un bain eau-glace à 0°C.
- Ajouter environ 40 mL d'eau distillée froide au mélange et placer l'erlenmeyer dans un bain glacé. Agiter sans interruption. L'aspirine, peu soluble dans l'eau, précipite sous forme de cristaux blancs;
- Sous la hotte, filtrer (entonnoir et carré de papierfiltre sur vos tables)..
- À l'aide de votre spatule, récupérer le solide retenu par le cône de papier-filtre : il s'agit de l'aspirine.

Vous me rendez donc : 1 grand schéma légendé, 1 phrase de conclusion à propos de la synthèse, le tout sur une feuille simple avec nom, prénom & classe.





# Seconde – TP de Chimie 5 Synthèse de l'aspirine

Au bureau	
	Glace
	Acide salicylique
	Balance
Sous la l	notte
	Anhydride acétique
	Acide sulfurique concentré
	4 béchers
	$2$ pipettes graduées $10~\mathrm{mL} + 2$ poires aspirantes
	2 pipettes plastique
×7 group	oes
	2 paires de gants (= une pour chaque demi-groupe, 9h30 et 11h)
	Erlenmeyer de 100 mL
	Bassine métal pour bain-marie
	Bec élec + support et pince adaptée au col de l'erlenmeyer
	Coupelle + spatule
	Tube de verre très longs sur un bouchon adapté à l'erlenmeyer
	Entonnoir sur son support
	Carré de papier-filtre