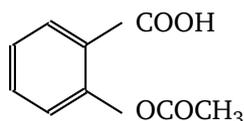


**Objectifs** Réaliser une étape de la synthèse de l'aspirine : la réaction entre l'acide salicylique et l'anhydride acétique.

**Informations** L'aspirine est un antipyrétique (qui combat la fièvre) et un analgésique (qui diminue ou supprime la douleur). C'est le médicament le plus utilisé dans le monde. Sa formule semi-développée s'écrit :



C'est un solide blanc, peu soluble dans l'eau à 25°C (3,3 g/L) mais très soluble dans l'éthanol. Il se décompose à la chaleur dès 128°C.

## 1 La réaction

### 1.1 Principe

On prépare l'aspirine par réaction entre l'acide salicylique (acide hydroxy-2-benzoïque, solide blanc toxique) et l'anhydride acétique (anhydride éthanoïque, liquide très irritant et très corrosif). On ajoute aux deux réactifs quelques millilitres d'acide sulfurique jouant le rôle de catalyseur (le catalyseur accélère la réaction).

### 1.2 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 bunsen.
- Introduire dans un erlenmeyer de 100 mL, une masse de 2,0 g d'acide salicylique, 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 4 mL d'anhydride acétique prélevés à l'éprouvette graduée, puis 3 mL d'acide sulfurique concentré ;
- Toujours sous la hotte, connecter un condenseur à air ou tube réfrigérant au dessus de l'erlenmeyer ; nous sommes maintenant partiellement protégé des vapeurs acides.
- Chauffer à 60°C pendant 20 minutes, en tenant l'erlenmeyer avec la pince en bois et en agitant doucement et régulièrement.

On fera bien attention à respecter la consigne de température et on utilisera ce temps mort pour schématiser le montage, avec comme légende : *condenseur à air, bouchon à un trou, erlenmeyer, mélange réactionnel, bain-marie à 60°C, support, bec bunsen*, et comme titre : *Montage à reflux*.

## 2 Séparation de l'aspirine

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

- Sortir l'erlenmeyer du bain-marie, et le refroidir sous un filet d'eau froide, tout en poursuivant l'agitation. Ne pas déconnecter le condenseur à air, il nous protège des vapeurs, en assurant un reflux dans le milieu réactionnel.
- Verser environ 30 mL d'eau froide dans l'erlenmeyer. Agiter sans interruption. L'aspirine, peu soluble dans l'eau, précipite sous forme de cristaux blancs ;
- Sous la hotte, filtrer (entonnoir et carré de papier-filtre sur vos tables).
- Transférer le solide obtenu dans une coupelle de pesée préalablement tarée. Noter alors la masse de solide obtenu. Laisser cette coupelle sous la hotte (avec un morceau de papier identifiant votre bien).

*Le solide obtenu n'est pas sec, il serait nécessaire de le sécher dans une étuve.*

## 3 Identification de l'aspirine

Seule l'identification permet de savoir si vous avez réussi ou raté le TP ! Les deux techniques d'identification qui pourraient être envisagés sont :

- Chromatographie sur couche mince, par comparaison avec de l'aspirine du commerce ;
- Mesure du point de fusion du solide obtenu.

## 4 Questions

1. Écrire l'équation de la synthèse de l'aspirine.
2. Noter les masses molaires moléculaires figurant sur les flacons des deux réactifs (anhydride acétique et acide salicylique), et noter aussi la densité de l'acide salicylique. En déduire les quantités de matière de réactifs utilisés.
3. Calculer la masse molaire de l'aspirine, et en déduire la quantité de matière d'aspirine obtenue.
4. En déduire le rendement de cette synthèse. Conclure.

## TS – TP de Chimie 8 – 2013 Synthèse de l'aspirine

### **Au bureau**

- Glace
- Acide salicylique
- Balance

### **Sous la hotte**

- Anhydride acétique
- Acide sulfurique concentré
- 4 béchers
- 2 pipettes graduées 10 mL + 2 poires aspirantes
- 2 pipettes plastique

### **×8 groupes**

- 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'erenmeyer
- Coupelle + spatule
- Tube de verre très longs sur un bouchon adapté à l'erenmeyer
- Entonnoir sur son support
- Carré de papier-filtre
- 1 thermomètre à alcool coloré
- 1 bécher