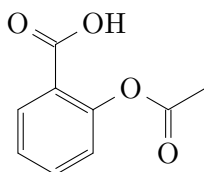


Compétences expérimentales

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

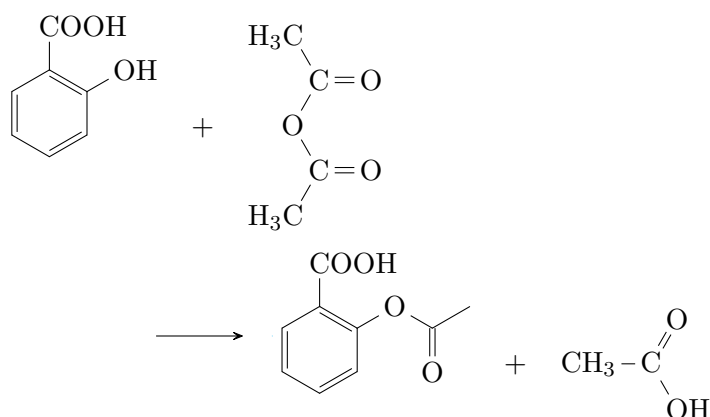
L'aspirine est le médicament le plus utilisé dans le monde. Sa formule semi-développée est reproduite ci-contre.



- a. Sur la molécule d'aspirine (ou acide acétylsalicylique), identifier les groupes ou fonctions chimiques caractéristiques.

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).



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

- b. Nommer chaque molécule apparaissant dans la réaction de synthèse.

2 Étiquettes des produits utilisés

Acide salicylique	
$C_7H_6O_3$ M = 138,12 g.mol ⁻¹ T° _{fusion} : 159 °C Densité (à 25°C) : 1,44 Soluble dans l'eau	T° _{ébullition} : 211°C
	H225, H304, H315, H336, H410

Anhydride éthanoïque	
$C_4H_6O_3$ M = 102,09 g.mol ⁻¹ T° _{fusion} : - 73°C Densité (à 25°C) : 1,08 Soluble dans l'eau	T° _{ébullition} : 139°C
	H226, H302, H314, H332

Acide acétylsalicylique	
$C_9H_8O_4$ M = 180,16 g.mol ⁻¹ T° _{fusion} : 135°C Densité (à 25°C) : 1,4 Très peu soluble dans l'eau	Se décompose à 140°C
	H302, H315, H319, H335

Acide éthanoïque	
$C_2H_4O_2$ M = 60,05 g.mol ⁻¹ T° _{fusion} : 16,64°C Densité (à 25°C) : 1,05 Soluble dans l'eau	T° _{ébullition} : 117,9°C
	H226, H314

L'anhydride éthanoïque réagit avec l'eau pour former l'acide éthanoïque. Cette réaction est très rapide et totale.

3 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 bien sec, 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 !

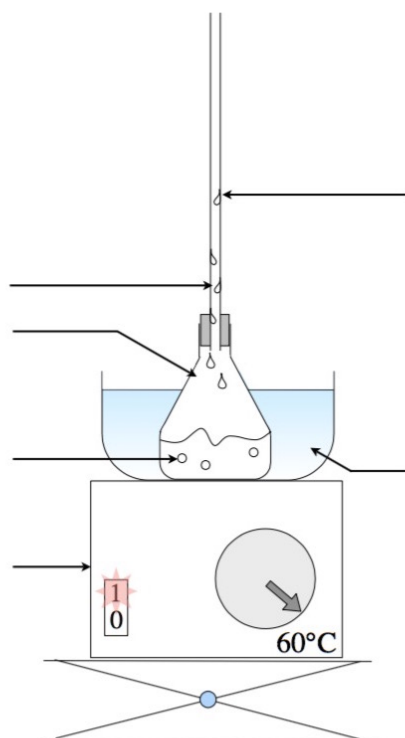
- Sous la hotte, avec des gants, verser dans l'erenmeyer 7 mL d'anhydride éthanoïque, liquide très corrosif et avide d'eau, prélevés à l'éprouvette graduée, puis 5 gouttes d'acide sulfurique, prélevés avec une pipette simple ;
- Toujours sous la hotte, connecter le réfrigérant à air sur l'erenmeyer ; 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*.

4 Séparation de l'aspirine

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

- Sortir l'erenmeyer 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 glacée au mélange et placer l'erenmeyer dans un bain marie glacé.



Agiter sans interruption. L'aspirine, peu soluble dans l'eau, précipite sous forme de cristaux blancs ;

- Filtrer sur entonnoir Büchner et pression réduite.
- À l'aide de votre spatule, récupérer le solide retenu par le disque de papier-filtre : il s'agit de l'aspirine.

5 Exploitation

c. Quelles sont les précautions à prendre pour réaliser cette synthèse ?

d. Pourquoi chauffe-t-on le mélange ?

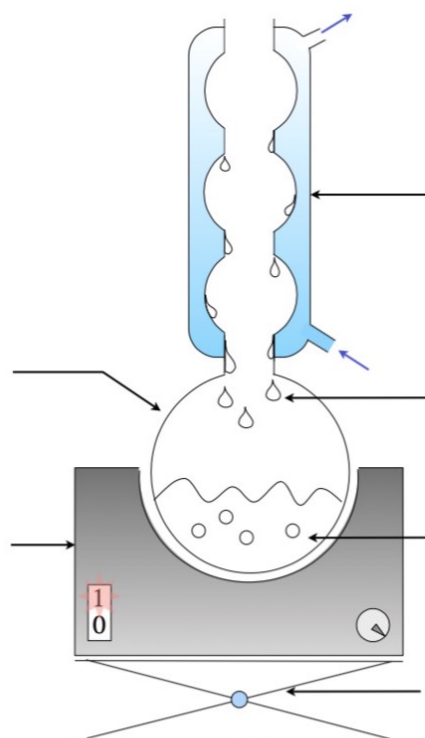
e. Quel est le rôle du montage à reflux ?

f. Lorsque la filtration sous pression réduite est terminée, on doit d'abord « casser le vide », en enlevant le tube qui relie la fiole à vide de la trompe à eau, avant de fermer le robinet. Pourquoi ?

g. 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.

h. Calculer la masse molaire de l'aspirine, et en déduire la quantité de matière d'aspirine obtenue.

i. En déduire le rendement de cette synthèse. Conclure.



Grille TPC 9

- $n = d\rho_{\text{eau}}V/M$ démontrée
- Anhydride $n = 7,4 \times 10^{-5}$ mol
- Acide salicylique $n = 3,6 \times 10^{-2}$ mol
- Aspirine $m_{\text{th}} = 13$ mg
- Aspirine m_{exp} noté
- Rendement $\eta = m_{\text{exp}}/m_{\text{th}}$ calculé
- Résultat chromatographique + interprétation

Note

.../7