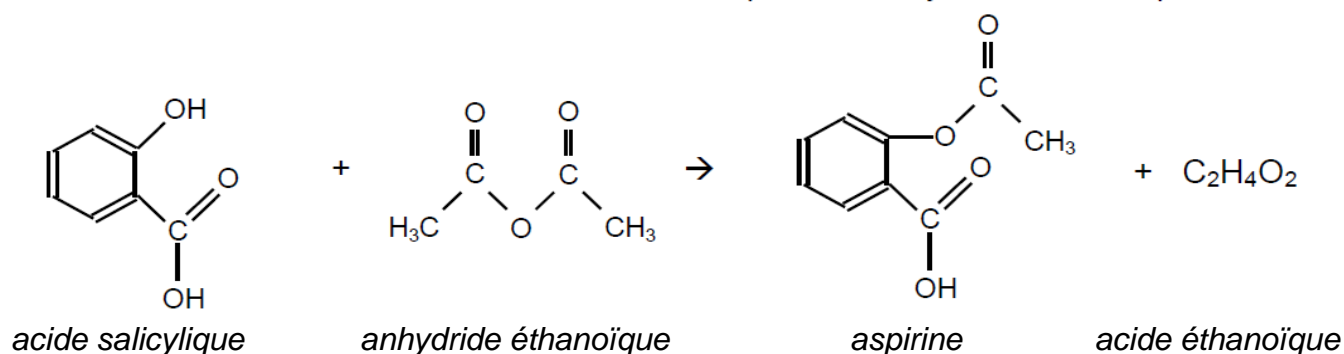


AE- Synthèse de l'aspirine

L'aspirine (ou acide acétylsalicylique) est un médicament antipyrétique, anti-inflammatoire et analgésique. Il possède également des propriétés anti-coagulantes : c'est pourquoi l'aspirine peut-être utilisée de manière préventive pour diminuer la formation de caillots sanguins responsables des accidents vasculaires cérébraux (AVC).

Document 1 : Synthèse de l'aspirine

L'aspirine peut être obtenue par une réaction dite d'estérification entre l'acide salicylique et l'anhydride éthanóïque. La réaction est catalysée par les ions H^+ .

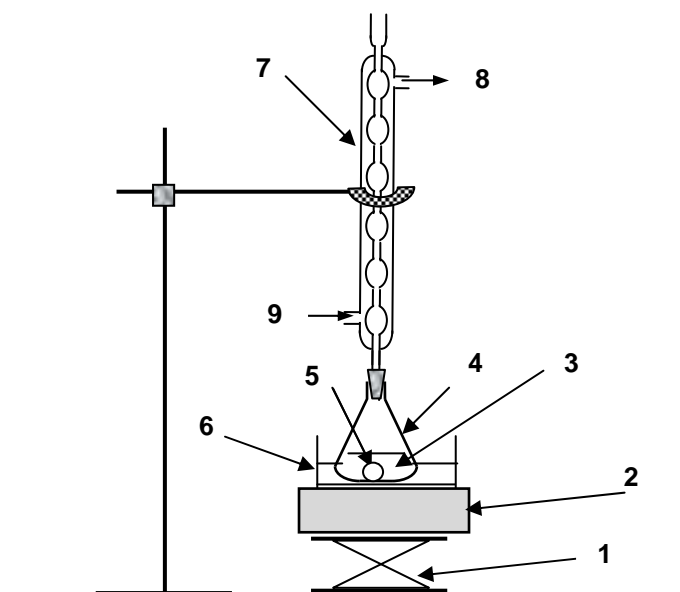


Cette réaction peut être considérée comme **totale**.

Document 2 : Montage de chauffage à reflux

Légende :

- Bain-marie :
- Entrée d'eau :
- Sortie d'eau :
- Réfrigérant à eau :
- Dispositif de chauffage et d'agitation :
- Barreau aimanté :
- Erlenmeyer :
- Support élévateur :
- Milieu réactionnel :

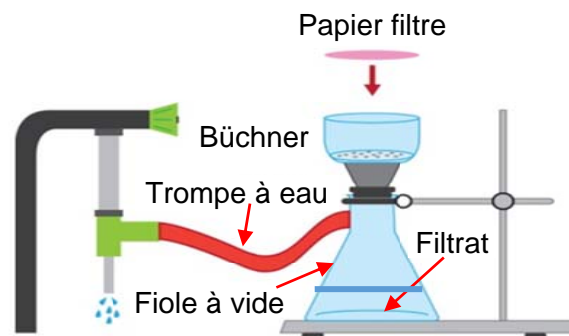


Document 3 : La cristallisation

Cristallisation : La cristallisation d'un solide dans un mélange correspond à l'apparition de ce solide par diminution de sa solubilité dans le mélange. La diminution de la solubilité du solide peut être due à une variation de température, une variation de pH... L'existence d'impuretés dans la solution (particules de verre, etc.) favorise aussi la cristallisation.

Document 4 : La filtration Büchner

Lorsque l'eau circule, une aspiration dans la fiole à vide est créée grâce à la trompe à eau. Cela permet de filtrer plus rapide et plus efficacement un produit solide.



Quelques consignes à respecter lors de la filtration :

- Placer un morceau de papier filtre dans le Büchner.
- Ouvrir grandement le robinet d'eau.
- Imbiber d'eau le papier filtre et vérifier son « adhésion » au Büchner avec une spatule en verre.
- Filtrer le mélange.
- NE JAMAIS FERMER le robinet AVANT d'avoir « casser le vide » (c'est-à-dire avant d'avoir rétabli l'équilibre de pression entre l'intérieur de la fiole à vide et l'extérieur). Pour cela débrancher le tuyau de la trompe à eau ou soulever le Büchner de la fiole PUIS fermer le robinet.

Document 5 : données physico-chimiques

Nom	Aspect à 25°C	Risques	Solubilité	Températures de changement d'état	Masse molaire
Acide salicylique	solide blanc densité : 1,44		Peu soluble dans l'eau.	$T_{\text{fus}} = 159^{\circ}\text{C}$	138 g/mol
Anhydride éthanoïque	liquide incolore densité : 1,08		Réagit violemment avec l'eau en formant de l'acide éthanoïque.	$T_{\text{fus}} = -73^{\circ}\text{C}$ $T_{\text{éb}} = 139^{\circ}\text{C}$	102 g/mol
Aspirine	solide blanc		Très peu soluble dans l'eau à 20 °C, soluble à 60 °C. Très soluble dans l'éthanol quelle que soit la température.	$T_{\text{fus}} = 135^{\circ}\text{C}$ (se décompose à 140 °C avant la température d'ébullition)	180 g/mol
Acide éthanoïque	liquide incolore densité : 1,05		solubilité dans l'eau en toute proportion	$T_{\text{fus}} = 17^{\circ}\text{C}$ $T_{\text{éb}} = 118^{\circ}\text{C}$	60 g/mol
Acide sulfurique	liquide incolore densité : 1,83				98 g/mol

ORGANISATION :

Vous allez travailler par groupe de 4. Sur une paillasse sera mis en place le dispositif permettant la synthèse (voir étape 2) et sur l'autre paillasse sera mis en place le dispositif de la cristallisation et de la filtration (étapes 3 et 4). Pour les binômes de la rangée coté couloir, la filtration se fera soit sur la paillasse du professeur, soit au laboratoire.

PROTOCOLE :

Etape 1 : préparation du milieu réactionnel

- Dans un ballon, peser 6,00 g d'acide salicylique.
- Sous la hotte, rajouter 12 mL d'anhydride éthanoïque prélevé avec une pipette graduée.
- Ajouter 6 gouttes d'acide sulfurique pur.

Etape 2 : chauffage à reflux

- Mettre en place le dispositif expérimental schématisé dans le document
- Mettre en route l'agitation et la circulation d'eau.
Appeler le professeur pour la vérification.
- Régler la plaque chauffante à 90 °C.
- Lorsque la température indiquée par la sonde thermométrique atteint environ 80 °C, maintenir le chauffage pendant 20 min avant de passer à l'étape 3.

→Pendant ce temps, préparer dans un cristalliseur un bain réfrigérant (mélange d'eau et de glaçons) et répondre aux questions.

Etape 3 : cristallisation

- Retirer le bain marie.
- Maintenir l'agitation et la circulation d'eau dans le réfrigérant.
- Verser par le sommet du réfrigérant quelques gouttes d'eau distillée puis délicatement environ 50 mL d'eau distillée.
- Transvaser le contenu du ballon dans un bécher de 150 mL en récupérant le barreau aimanté à l'aide d'une « canne à pêche ».
- Placer le bécher dans un mélange réfrigérant (eau-glace).
- Attendre la cristallisation du produit brut.

Etape 4 : filtration

- Mettre en place la filtration sur Büchner.
- Filtrer le contenu du bécher. Ne pas hésiter si le solide est trop compact à le casser délicatement avec une spatule.
- « Casser le vide » en débranchant le tuyau ou en séparant l'entonnoir de filtration de la fiole et laver le solide avec un peu d'eau distillée froide.
- Relancer la filtration.
- « Casser le vide » PUIS fermer le robinet.
- A l'aide d'une spatule, récupérer le solide dans un bécher de 100 mL.

Etape 5 : recristallisation+ filtration

- Ajouter dans le bécher contenant le solide brut, 20 mL d'un mélange de solvants (mélange eau distillée froide / éthanol) (mélange déjà préparé).
- Agiter avec un agitateur en verre.
- Pour augmenter la solubilité des cristaux, chauffer le contenu du bécher sur une plaque jusqu'à ce que tout le solide soit dissous (agiter de temps en temps).
- Refroidir la solution dans un mélange réfrigérant (eau +glace).
- Ajouter 50 mL d'eau distillée fraîche (agiter de temps en temps).
- Filtrer sur Büchner.
- Rincer avec un peu d'eau distillée fraîche.
- Récupérer les cristaux dans une coupelle préalablement pesée.
- Peser le solide obtenu.

QUESTIONS :

- 1) Compléter le document 2 en associant un numéro à chaque élément de la légende.
- 2) Expliquer le fonctionnement du réfrigérant à eau et préciser l'intérêt d'un chauffage à reflux pour la réaction de synthèse.
- 3) En supposant que l'acide salicylique est le réactif limitant, déterminer les espèces chimiques présentes dans le milieu réactionnel à la fin de l'étape 2.
- 4) Pourquoi rajoute-on de l'eau au sommet du réfrigérant dans l'étape 3 ?
- 5) Pourquoi utilise-t-on un mélange réfrigérant pour la cristallisation ?
- 6) Pourquoi utilise-t-on de l'eau froide pour laver le solide dans l'étape 4 ?
- 7) Quel est l'intérêt d'utiliser un mélange eau/éthanol lors de l'étape 5 ?
- 8) Question de synthèse : résumer le rôle de chaque étape du protocole par une phrase.

Pour aller plus loin (et il faudra y aller soit en classe, soit à la maison) :

- 1) Dans la formule de l'acide salicylique, entourer et nommer les groupes caractéristiques.
- 2) Ecrire la formule semi-développée de l'acide éthanoïque.
- 3) Montrer que les quantités de matière initiales des réactifs sont $n_1 = \dots\dots\dots$ pour l'acide salicylique et $n_2 = \dots\dots\dots$ pour l'anhydride éthanoïque.
- 4) Déterminer le réactif limitant.
- 5) En déduire la quantité de matière maximale d'aspirine (notée n_{\max}) pouvant être obtenue.
- 6) En déduire la masse maximale d'aspirine (notée m_{\max}) correspondante.
- 7) A partir de la masse d'aspirine réellement obtenue, déterminer le rendement de la synthèse.

Le **rendement** d'une **synthèse** est égal au rapport de la masse (ou de la quantité de matière en produit obtenue) par celle attendue. La masse attendue est déterminée à l'aide de l'équation de la réaction et de la composition initiale du système.

$$\eta = \frac{m_{\text{obtenue}}}{m_{\text{attendue}}}$$