

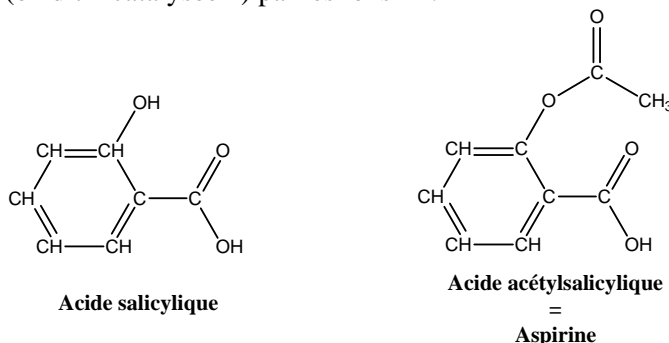
T.P. N° 9 de Chimie : Synthèse de l'aspirine

Objectifs :

- Réaliser la synthèse d'une espèce chimique utile en médecine ;
- Réaliser une filtration sous vide

I. Généralités sur l'aspirine

Le protocole proposé permet de réaliser une hémisynthèse (hémi : demi, à moitié) de l'aspirine. L'aspirine est obtenue par réaction chimique entre le groupe $-OH$ porté par l'acide salicylique et l'anhydride acétique ($C_4H_6O_3$). Il se forme ainsi de l'acide acétylsalicylique et de l'acide acétique ($C_2H_4O_2$). La réaction est accélérée (on dit « catalysée ») par les ions H^+ .



I.1. Quelle est la nature des atomes présents dans chaque molécule ?

I.2. Déterminer la formule brute de chaque molécule.

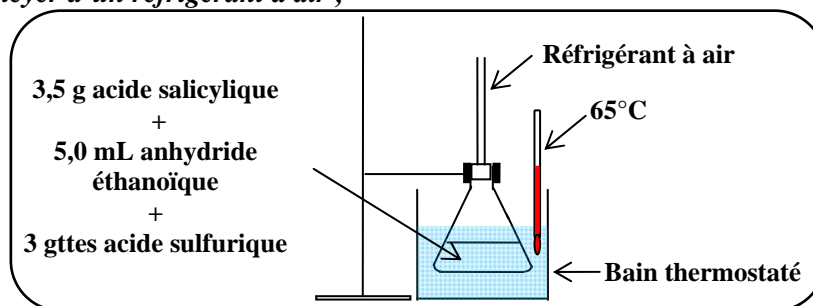
Les réactifs d'une transformation chimique sont les espèces qui réagissent entre elles.

Les produits d'une transformation chimique sont les espèces nouvelles qui apparaissent.

I.3. Quels sont les réactifs de la réaction chimique ? Quels sont les produits qui se forment ?

II. Mode opératoire

- Mettre des gants et des lunettes de protection ;
- Remplir aux 2/3 le bain thermostaté d'eau du robinet et faire chauffer à $65^\circ C$;
- Dans un erlenmeyer, introduire $m_{\text{acide}} = 3,5 \text{ g}$ d'acide salicylique ;
- Ajouter $V_{\text{anhydride}} = 5,0 \text{ mL}$ d'anhydride éthanóique mesuré à l'éprouvette graduée ;
- Ajouter avec précaution 3 gouttes d'acide sulfurique concentré ;
- Agiter le mélange pour le dissoudre un peu
- Surmonter l'erenmeyer d'un réfrigérant à air ;

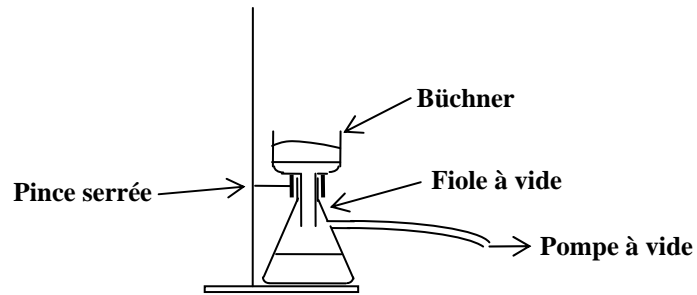


- Accrocher l'erenmeyer à une pince ;
- Chauffer le mélange réactionnel durant 10 à 15 minutes à $65^\circ C$ tout en agitant régulièrement ;
- Pendant ce temps, introduire un bécber contenant environ 70 mL d'eau distillée dans un cristallisoir rempli d'eau et de quelques glaçons.

À la fin de la transformation il reste encore de l'anhydride acétique qui a été introduit en excès mais tout l'acide salicylique a été consommé !

Il faut maintenant séparer l'anhydride acétique en excès qui reste et l'aspirine formé

- Retirer l'erenmeyer du bain marie et le refroidir sous l'eau froide du robinet ;
- Ajouter petit à petit (par portion de 10 mL) 50 mL d'eau distillée refroidie : on observe la cristallisation de l'aspirine ;
- Laisser l'erenmeyer dans le cristallisoir rempli d'eau et de glace et ne pas y toucher pendant 10 min ;
- Filtrer le mélange réactionnel sur Büchner et rincer avec le reste d'eau distillée refroidie ;



➤ Sécher le solide sur papier filtre en étalant l'aspirine synthétisée à l'aide d'une spatule ;

Données :

NOM	Température de fusion à P_{atm} (°C)	Température d'ébullition à P_{atm} (°C)	Solubilité dans l'eau froide
<i>Anhydride acétique</i>	- 73	136	Se décompose en acide acétique qui est bien soluble dans l'eau froide
<i>Acide salicylique</i>	159	Se décompose au-delà de 200 °C	Faible : 1,3 g / L
<i>Acide acétylsalicylique (aspirine)</i>	135 - 138	Se décompose au-delà de 140 °C	Faible : 2,3 g / L

II.1. Quel est l'état physique de l'aspirine obtenue ? Quel est sa couleur ?

➤ Peser la masse d'aspirine obtenue notée $m_{aspirine}$.

II.2. Indiquer la valeur $m_{aspirine}$ sur votre compte rendu.

II.3. Quel réactif est éliminé par ajout d'eau refroidie ? Justifier.

II.4. La masse théorique d'aspirine obtenue $m_{théo} = 4,56$ g.

Y a-t-il une grande différence entre la masse d'aspirine obtenue $m_{aspirine}$ et $m_{théo}$?
Comment pouvez-vous expliquer cette différence ?

Matériel nécessaire pour le TP

Quantité	Matériel ou réactif
9	Bains thermostatés
9	Potences + pinces
9	Spatules
9	Coupelles
9	Erlenmeyers de 50 mL ou 100 mL
9	Büchner
18	Filtres pour Büchner
9	Fioles de succion
4	Pompes à vide
4	Potences + pinces 3 ou 4 doigts
Beaucoup	Glaçons
9	Pissettes d'eau distillée
9	Baguettes de verre
9	Petits cristallisoirs
9	Cônes pour Büchner
9	Feuilles de papier filtre
18	Paires de gants
9	Lunettes de sécurité
9	Bécher de 150 mL
100 g	Acide salicylique
150 mL	Anhydride acétique
10 mL	Acide sulfurique concentré
9	Thermomètres
2	Balances