

Objectifs :

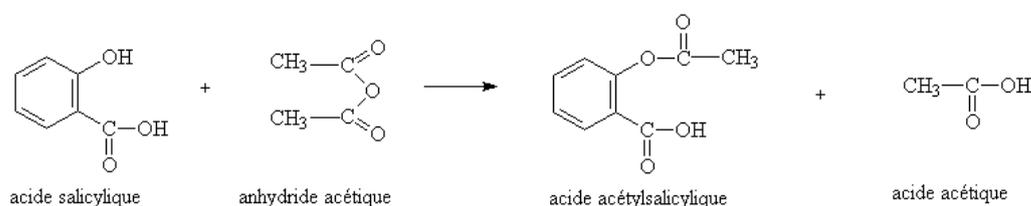
- Mettre en œuvre un protocole afin de réaliser la synthèse de l'acide acétylsalicylique (principe actif de l'aspirine) à partir d'acide salicylique (contenu dans les fleurs de reine-des-prés ou de saule).
- Déterminer une quantité de matière connaissant la masse d'un solide ou le volume d'un liquide
- Déterminer la masse d'un échantillon à partir de sa densité, de sa masse volumique

1. Principe

Lors d'une synthèse, le chimiste mélange des **réactifs** pour former un ou plusieurs **produits**. Les **conditions expérimentales** (température, durée de chauffage...) doivent être respectées scrupuleusement.

Pour **accélérer la transformation**, il est souvent nécessaire de chauffer et d'ajouter un catalyseur (une substance utilisée en très petite quantité et accélérant la transformation)

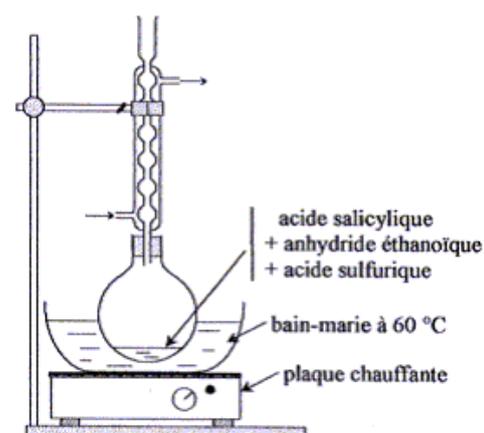
Nous allons faire réagir de l'acide salicylique avec de l'anhydride acétique pour obtenir de l'acide acétylsalicylique. La transformation produit aussi de l'acide acétique (acide présent dans le vinaigre).

**2. Mode opératoire**

- Observer les pictogrammes et les phrases de risques des réactifs utilisés et se comporter en conséquence.

Produit	Acide salicylique	Anhydride acétique	Acide sulfurique	Acide acétylsalicylique
Pictogrammes et phrases de sécurité				
	H : 302-318 P : 280-305+351+338	H : 314-226-302-332	H : 314 P : 280-305-351-338-310	H : 301-315-319-335 P : 261-301-310-305-351-338

- Peser **3,0 g d'acide salicylique** dans une capsule de pesée et les introduire à l'aide d'un entonnoir à solide dans le ballon.
- Se munir de gants et de lunettes et en se plaçant sous la hotte ajouter dans le ballon **6 mL d'anhydride acétique** mesurés à l'aide d'une éprouvette graduée puis 3 à 4 gouttes d'acide sulfurique concentré (catalyseur).
- Introduire un barreau magnétique.
- Placer le ballon dans un cristalliseur posé sur un agitateur magnétique chauffant.
- Fixer le ballon à la potence et adapter le réfrigérant à boules sur le ballon. Mettre en route la circulation d'eau froide dans le réfrigérant.
- Verser de l'eau bouillante dans le cristalliseur sans renverser.
- Lancer le système de chauffage et le système d'agitation.
- Chauffer au bain marie à 60-70°C (contrôler la température avec un thermomètre) pendant 10-15 minutes.



3. Exploitation

- L'acide salicylique est un solide blanc de formule brute $C_7H_6O_3$. Calculer la quantité de matière correspondant à la masse $m = 3,0 \text{ g}$ d'acide salicylique utilisé.
- L'anhydride acétique, de formule $C_4H_6O_3$, est un liquide incolore de masse volumique $\rho = 1,08 \text{ g.mL}^{-1}$. Calculer la quantité de matière correspondant au volume $V = 6 \text{ mL}$ d'anhydride acétique utilisé.

4. Mode opératoire (suite)

- Arrêter le chauffage. Retirer le ballon du bain-marie et le laisser refroidir à l'air.
 - Ne pas arrêter la circulation d'eau froide dans le réfrigérant qui doit rester fixé au dessous du ballon.
 - Verser **très progressivement** par le haut du réfrigérant 50mL d'eau froide mesuré à l'éprouvette graduée.
 - Arrêter la circulation d'eau dans le réfrigérant et démonter le réfrigérant. Arrêter l'agitation.
 - Refroidir le mélange en plaçant le ballon dans un bain d'eau glacée.
- *Noter vos observations*
- Filtrer sur Büchner le mélange obtenu. Rincer le ballon à l'eau froide afin de récupérer tout le solide formé.
 - **Le produit obtenu est impur : il ne peut donc être consommé en l'état !**

5. Identification par CCM (Chromatographie sur Couche Mince)

- Dans 3 tubes à essais notés T_1, T_2, T_3 , introduire 1 ml d'acétate d'éthyle (solvant) puis une pointe de spatule :
 - ❖ d'acide salicylique pur du commerce dans T_1
 - ❖ d'acide acétylsalicylique pur du commerce (aspirine en poudre ou comprimé écrasé) dans T_2
 - ❖ du solide blanc résultant de la synthèse dans T_3
 - Tracer, à l'aide d'un crayon, un trait fin à 1cm environ du bord inférieur de la plaque CCM puis effectuer les dépôts T_1, T_2, T_3 , sur la plaque CCM à l'aide d'un cure dent.
 - Préparer la cuve à chromatographie avec comme éluant un mélange d'acétate d'éthyle/cyclohexane/acide formique.
Mettre la plaque dans la cuve et couvrir. Laisser migrer l'éluant.
 - Sortir la plaque. Repérer le front du solvant, sécher la plaque et révéler sous UV. Entourer les taches d'un léger trait de crayon.
- *Analyser le chromatogramme obtenu.*

MATERIEL AU BUREAU :

- 2 balances mono-plateau
- 6 béchers de 250 mL
- 2 marqueurs
- 3 fines spatules métalliques
- 1 lampe UV
- Plaque silice pour CCM
- 1 bouilloire ou 1 pichet inox rempli d'eau bouillante

PRODUITS AU BUREAU :

- réserve de glace pillée
- 50 g d'acide acétylsalicylique
- 200 mL d'anhydride éthanoïque (sous la hotte !)
- 110 mL d'un solvant préparé à partir de 60mL d'acétate d'éthyle+40mL de cyclohexane+10 mL d'acide formique
- 100 mL d'acétate d'éthyle
- Aspirine (acide acétylsalicylique) en poudre (ou en comprimé + mortier)

MATERIEL PAR GROUPE :

- 1 coupelle de pesée + 1 entonnoir à solide
- 1 plaque chauffante avec agitateur magnétique intégré
- 1 ballon de 250 mL + valet
- 1 réfrigérant à boules
- 2 éprouvettes graduées de 10 et 50 mL
- 1 pipette pasteur
- 1 dispositif de filtration sur Büchner avec trompe à eau
- 2 béchers de 100 mL
- 2 petits cristallisoirs (1 pour le bain marie, l'autre pour les glaçons)
- 1 spatule métallique
- eau distillée
- gants
- lunettes de protection
- chiffon
- 1 thermomètre (sonde digital)
- 1 dispositif de chromatographie (cuve + couvercle + plaque CCM+ cure dent)
- 1 portoir + 3 tubes à essais

PRODUITS par groupe:

- acide sulfurique concentrée