


Objectifs :


Etablir, à partir de données expérimentales, qu'une espèce chimique synthétisée au laboratoire peut être identique à une espèce chimique synthétisée dans la nature. Réaliser le schéma légendé d'un montage à reflux. Mettre en œuvre un montage à reflux pour synthétiser une espèce chimique présente dans la nature.


I QUE SAVONS NOUS ?


A l'origine de la synthèse de cette molécule, qui n'existe pas dans la nature, il y a l'acide salicylique, molécule extraite de plantes telles que le saule, la reine-des-prés (spirée) qui agissait comme *antipyrétique* et *analgésique*. L'acide salicylique est synthétisé industriellement dès 1874, c'est-à-dire avec les débuts de la chimie organique, mais en raison d'effets secondaires, on cherche à le modifier en molécule moins agressive.


C'est le chimiste allemand Felix Hoffmann, qui travaille pour l'entreprise de chimie Bayer, qui met au point la synthèse de l'aspirine ou acide acétylsalicylique ; son collègue pharmacologue Arthur Eichengrün avait quant à lui, remarqué en premier les propriétés *antalgiques* de l'aspirine. Aspirin[®] est le nom choisi par la firme Bayer et Cie.




1)  Rechercher la signification des mots en italiques.

Anhydride éthanoïque (C₄H₆O₃)	
d = 1,08 θ _{fus} = - 73 °C sous 1,013 bar θ _{éb} = 139 °C sous 1,013 bar Solubilité dans l'eau : en toute proportion	



Acide éthanoïque (C₂H₄O₂)	
d = 1,05 θ _{fus} = 17 °C (décomposition) θ _{éb} = 118 °C sous 1,013 bar Solubilité dans l'eau : en toute proportion	

Acide salicylique (C₇H₆O₃)	
d = 1,44 θ _{fus} = 159 °C sous 1,013 bar Solubilité dans l'eau : faible 1,8 g / 100 mL à 20 °C	

Aspirine (C₉H₈O₄)	
d = 1,40 θ _{fus} = 135 °C sous 1,013 bar Solubilité dans l'eau : très faible 0,25 g / 100 mL (à 15 °C)	





- 2)  A l'aide des données, justifier les états physiques de l'anhydride éthanoïque et de l'acide salicylique à température ambiante.
- 3)  Donner la signification des pictogrammes ci-dessus.
- 4)  Qu'est-ce que la solubilité d'une espèce chimique ?

II SYNTHÈSE DE L'ASPIRINE**1) Mise en place des composés chimiques dans le ballon**



-  Sous la hotte, peser avec précaution 4,0 g d'acide salicylique, les introduire dans le ballon sec.
-  Sous la hotte, introduire dans le ballon 6,0 mL d'anhydride éthanoïque et 3 gouttes d'acide sulfurique concentré.

 **Utiliser lunettes et gants.**






2) La transformation chimique

-  Préparer un bain marie (cristalliseur avec eau chaude) maintenu entre 50°C et 70°C.
-  Introduire dans le ballon un barreau aimanté.
-  Installer le réfrigérant sur le ballon.
-  Installer le ballon dans le bain-marie sur l'agitateur magnétique et le support élévateur.






**Faire vérifier la stabilité du montage par le professeur.**

-  Mettre en route la circulation d'eau dans le réfrigérant.
-  Chauffer au bain-marie pendant une quinzaine de minutes environ.


3) Questions

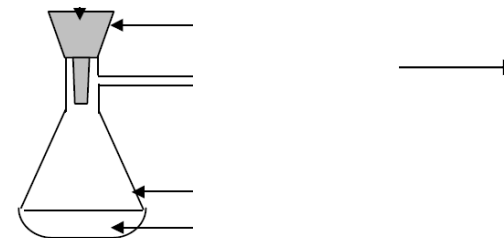
- a.  Schématiser et annoter le montage.
- b.  Quel est le rôle du réfrigérant ?
- c.  Quel est le rôle de l'acide sulfurique ?
- d.  Pourquoi faut-il chauffer ?
- e.  Expliquer le terme chauffage à reflux.



III CRISTALLISATION DE L'ASPIRINE**1) Manipulation**

-  Au bout de 15 minutes environ, enlever le bain-marie.
-  En maintenant la circulation d'eau dans le réfrigérant et verser par petites quantités, par le sommet du réfrigérant, 60 mL d'eau distillée froide tout en maintenant l'agitation.
-  Placer le ballon dans un bain eau-glace pendant une dizaine de minutes. **Ne pas agiter !**
-  Filtrer le mélange obtenu sur bûchner. Rincer l'erenmeyer avec un peu d'eau froide. Laver les cristaux retenus sur le filtre avec un peu d'eau glacée. Essorer les cristaux.
-  Récupérer les cristaux.

2) Questions



- a.  Annoter le schéma ci-dessous.



- b.  Quel est l'avantage de la filtration sur bûchner par rapport à une filtration simple ?
- c.  Quelles sont les espèces éventuellement présentes dans le filtre en fin d'expérience ?

VAL	
-----	--

IV CONCLUSION

-  Faire le bilan de la transformation chimique.
-  Ne se forme-t-il que de l'aspirine ?

