

Activité expérimentale n°14 – Synthèse de l'aspirine

L'aspirine (l'acide acétylsalicylique) telle qu'on la connaît a été synthétisée pour la première fois en 1853 par le chimiste français Charles Frédéric Gerhardt mais ce n'est qu'en 1897 que Hoffmann, chimiste chez BAYER, synthétisa chimiquement l'acide acétylsalicylique pur et stable en reprenant les travaux de Gerhardt.

La synthèse se déroule en faisant réagir l'acide salicylique avec de l'anhydride éthanóïque. On obtient de l'aspirine avec un produit indésirable, de l'acide acétique.



Document 1 – Protocole de la synthèse

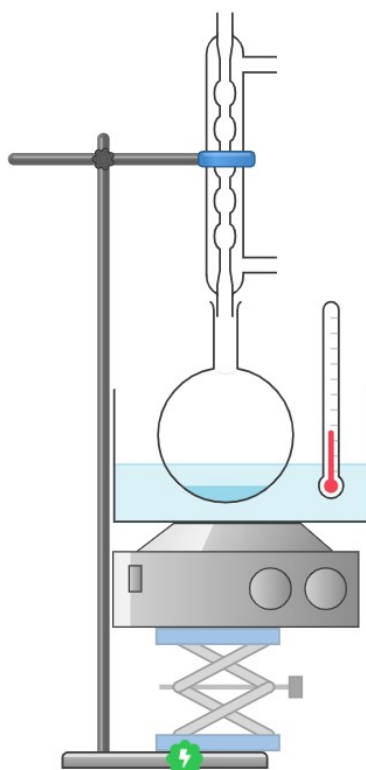
- Préparer un bain-marie à une température de 60 °C. Ne pas dépasser les 70 °C.

Dans un ballon bien sec, introduire :

- 5 g d'acide salicylique sec ainsi que le turbulent.
- 8 mL d'anhydride acétique mesuré à l'éprouvette graduée et 3 à 4 gouttes d'acide sulfurique concentré. (sous hotte)
- Visser le ballon au réfrigérant a eau **sans le bloquer**, puis monter le bain marie au niveau du ballon
- Maintenir le mélange au reflux, à cette température, pendant environ 20 min.
- Couper le chauffage, retirer le bain-marie mais laisser l'agitation.
- Verser 30 mL d'eau froide, par petites quantités, par le haut du réfrigérant dans l'erlenmeyer.
- Retirer le ballon du montage à reflux et agiter doucement à la main, en plaçant le ballon sous l'eau froide (robinet).
- Ajouter 50 mL d'eau glacée et refroidir l'erlenmeyer dans un mélange eau/glacé.
- Filtrer l'aspirine à l'aide du système de filtration sous vide (Büchner) en lavant le produit à l'eau froide. Récupérer l'aspirine dans une coupelle.
- À l'aide du banc Kofler, identifier le solide blanc formé pendant la réaction.

Document 2 – Tableau d'avancement de la réaction.

État initial $x=0$				
État intermédiaire $x=x$				
État final $x=x_f$				

Document 3 – Schéma du montage**Questions :**

1. Annoter le schéma du montage dans le document 3.
2. Identifier, dans le protocole, les différentes étapes de la synthèse : transformation des réactifs, isolement, purification et d'analyse (identification).
3. Écrire l'équation de la réaction avec les formules semi-développées.
4. Calculer les quantités de matière de réactifs et établir le tableau d'avancement de la réaction.

Donnée : La masse volumique de l'anhydride éthanöique est de $\rho = 1,08 \text{ g/mL}$

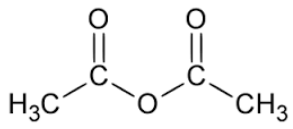
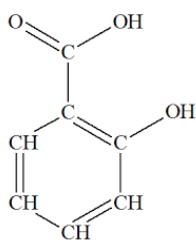
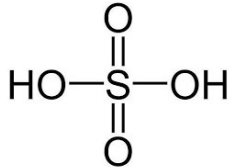
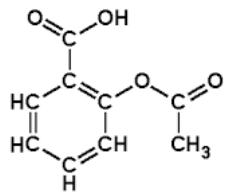
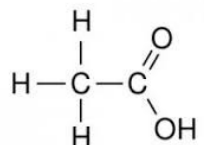
5. Identifier le réactif limitant, puis, calculer la quantité de matière d'aspirine théoriquement formée pendant la réaction, en considérant que la réaction est totale ($x_f = x_{\text{max}}$). En déduire la masse théorique d'aspirine que l'on produit.
6. Peser la masse de solide obtenu et en déduire le rendement de la synthèse.

Donnée : Le rendement d'une synthèse se calcule par la formule :

$$\eta = \frac{\text{masse obtenue}}{\text{masse théorique si la réaction était totale}}$$

Un rendement est toujours compris entre 0 et 1

Annexe 2 – Réactifs et produit de la réaction

Nom de l'espèce chimique	Anhydride éthanoïque	Acide salicylique	Acide sulfurique	Acide acétylsalicylique	Acide acétique
Formule brute	$C_4H_6O_3$	$C_7H_6O_3$	H_2SO_4	$C_9H_8O_4$	$C_2H_4O_2$
Formule semi-développée					
Masse molaire (g/mol)	102	138	98	180	60
Température de fusion	-73 °C	159 °C	10 °C	135 °C	16 °C
Pictogramme de sécurité					
Remarque	liquide incolore qui réagit violemment avec l'eau pour former de l'acide acétique.	Poudre blanche irritante.	Il sert de catalyseur à la réaction. Un catalyseur n'est pas un réactif, il sert à accélérer celle-ci.	Cristaux blancs.	Notamment présent dans le vinaigre.

