

**TP MONTAGE D'APPAREILS ET PREPARATION****1. PREPARATION : Synthèse de l'Aspirine.****a) Mode opératoire.**

L'aspirine est encore appelée acide acétylsalicylique ou acide ortho-acétoxybenzoïque. On l'obtient par acylation du groupe hydroxyde - OH phénolique de l'acide salicylique.

Prendre un erlenmeyer de 250 mL ; y mettre :

- 5 g d'acide salicylique,
- 7 mL d'anhydride acétique,
- 2 à 3 gouttes d'acide sulfurique concentré H_2SO_4 .

Remuer l'erlenmeyer en vue de mélanger les réactifs. Chauffer au bain-marie entre 50 et 60 °C pendant 20 minutes tout en surveillant la température avec un thermomètre. Agiter continuellement avec une baguette de verre.

Laisser refroidir ensuite et agiter de temps en temps. Verser 75 mL d'eau dans l'erlenmeyer tout en agitant avec une baguette de verre. L'aspirine précipite. Filtrer et recristalliser le précipité dans l'acide acétique à 50 % ou dans 15 mL d'éthanol chaud (bain-marie) et verser cette solution dans 40 mL environ d'eau chaude. Si à ce moment il y a précipitation, chauffer jusqu'à la dissolution complète, puis laisser refroidir lentement le liquide dans l'eau glacée. Filtrer les cristaux blancs et sécher pendant 30 minutes.

b) Compte rendu.

- 1) L'aspirine peut être obtenue en chauffant à reflux un mélange d'acide salicylique et d'anhydride acétique, mais la réaction est lente. Expliquer.
- 2) Prendre le point de fusion de l'aspirine.
P.F. = (135-137°C). Le produit formé est-il pur ?
- 3) Ecrire l'équation de la réaction entre l'acide salicylique et l'anhydride acétique.
- 4) Peser le produit obtenu.
- 5) Calculer le rendement.
- 6) Quel est le rôle de l'acide sulfurique concentré ?
- 7) Nommer les différentes fonctions chimiques de l'acide salicylique et l'acide acétylsalicylique.
- 8) Quels inconvénients l'utilisation de l'acide acétique dans la fabrication de l'aspirine présente-t-elle ? Quel produit dérivé de l'acide acétique peut-on utiliser et qui, par réaction sur l'acide salicylique, permet d'obtenir de l'aspirine ? Pourquoi le préfère-t-on ?

Données : $M(C) = 14 \text{ g/mol}$; $M(H) = 1 \text{ g/mol}$; $M(O) = 16 \text{ g/mol}$

Epreuve du 1^{er} groupe

Matériels et produits nécessaires pour chaque candidat :

- Erlenmeyer de 250 mL
- Thermomètre de 0- 100°C
- Baguette d'agitation
- Ensembles pour filtration et recristallisation
- 10 g d'Acide salicylique
- 15 g d'Anhydride acétique
- Acide sulfurique concentré
- Ethanol
- Glace

2. MONTAGE D'APPAREIL

Faire le montage d'un chauffage à reflux.

Matériels :

- Ballon de chauffage à fond et à col rodé,
- Réfrigérant,
- Chauffe ballon,
- Raccords d'eau.