

Sujet 39 : Synthèse organique (aspirine)

Fiche n° 3 : ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT

Ce sujet est accompagné de deux feuilles individuelles de réponses sur lesquelles vous devez consigner vos résultats.

But de la manipulation : Réaliser la synthèse de l'aspirine à partir de l'acide salicylique et de l'anhydride éthanóique et caractériser le produit formé par chromatographie.

Travail à effectuer :

1. Préparation du bain marie

Préparer un bain-marie : mettre l'eau chaude prévue à cet effet dans une cuve placée sur l'agitateur magnétique chauffant.

2. Préparation des réactifs (à faire sous la hotte)

On dispose d'un erlenmeyer bien sec contenant 5,0 g d'acide salicylique.

Muni de gants et de lunettes, prélever 7 mL d'anhydride éthanóique à l'aide d'une éprouvette graduée de 10 mL.

Verser l'anhydride éthanóique dans l'erlenmeyer et ajouter avec précaution environ 10 gouttes d'acide sulfurique concentré. Placer dans l'erlenmeyer un barreau aimanté et adapter un réfrigérant à air.

3. Synthèse de l'aspirine

Introduire l'erlenmeyer dans le bain-marie, le fixer avec une pince. Mettre en route l'agitation. Maintenir le milieu réactionnel à 60 °C environ pendant 10 minutes en vérifiant régulièrement la température.

Appeler le professeur pour vérifier le montage (appel 1)

Répondre aux questions 3.1 à 3.5 de la feuille de réponses tout en surveillant le chauffage.

A la fin du chauffage, retirer l'erlenmeyer du bain-marie et le refroidir sous l'eau du robinet en agitant.

4. Séparation de l'aspirine

Afin d'hydrolyser l'anhydride éthanóique, ajouter avec précaution 50 mL d'eau distillée froide en agitant.

Placer l'erlenmeyer dans un bain eau-glace pendant quelques instants. L'aspirine, peu soluble dans l'eau, précipite sous la forme de cristaux blancs.

Appeler le professeur pour contrôler l'apparition des cristaux et réaliser devant lui la filtration sous pression réduite (appel 2)

Filtrer sur büchner le mélange obtenu.

Rincer avec un peu d'eau glacée les cristaux d'aspirine présents sur le filtre. Retirer le barreau aimanté.

Bien essorer les cristaux dans une feuille de papier filtre.

Récupérer avec une spatule les cristaux d'aspirine et les placer dans une soucoupe.

Appeler le professeur pour vérifier la suite de la manipulation (appel 3)

5. Réalisation de la chromatographie

5.1. Dépôt des échantillons

Ajouter dans le récipient n°1 une pointe de spatule d'aspirine synthétisé au paragraphe 3., boucher et agiter.

Deux autres récipients sont à disposition : le n°2 contient un peu d'aspirine commerciale dissoute dans l'éluant et le n°3 contient un peu d'acide salicylique dissous dans l'éluant.

Effectuer sur la plaque un dépôt du contenu des récipients 1,2,3 dans cet ordre.

Placer la plaque dans la cuve et laisser éluer.

5.2. Révélation du chromatogramme

Sortir la plaque de la cuve et tracer le front de l'éluant.

Placer le chromatogramme sous la lampe à UV et entourer les taches observées.

À la fin de l'exploitation du chromatogramme, l'agrafer sur la feuille de réponses et répondre aux questions 5.3. à 5.5. de la feuille de réponses.

Nettoyer le matériel utilisé et le ranger avant de quitter la salle.

Le candidat doit restituer ce document avant de sortir de la salle d'examen.