

Analyse de protocole

Consigne

individuel puis mise en commun en petit groupe

Interpréter et exploiter les éléments du protocole d'hémi-synthèse de l'acide acétylsalicylique (schéma des étapes principales, rôle des opérations réalisées, exploitation des résultats obtenus...).

1. Réaction

- Dans un ballon sec (250 mL) : 3,0 g d'acide salicylique, 6 mL d'anhydride éthanoïque, 3 gouttes d'acide sulfurique concentré.
- Chauffage à reflux au bain marie (70°C) environ 15 minutes.

2. Extraction

- Par le réfrigérant verser 50 mL d'eau froide. Sans le réfrigérant agiter puis placer le ballon dans de l'eau glacée pendant 10 minutes.
- Filtrer sur büchner ; rincer à l'eau les cristaux retenus sur le filtre ; essorer et récupérer les cristaux dans un bécher.

3. Recristallisation

- Additionner 5 mL d'éthanol à 95% dans le bécher et chauffer au bain marie (80°C) en agitant.
- Après dissolution totale, additionner 10 mL d'eau tiède et laisser refroidir.
- Filtrer sur büchner et laver le précipité à l'eau froide.
- Récupérer les cristaux dans un verre de montre (pesé au préalable à vide).
- Placer à l'étuve (100°C – 10 min) puis peser pour déduire la masse de cristaux obtenus.

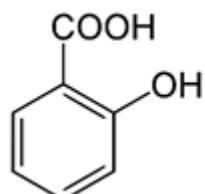
4. Identification

- Déterminer le point de fusion des cristaux obtenus au banc Kofler (température de fusion de l'aspirine pure : 135°C).

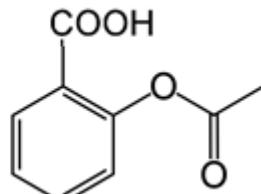
5. Rendement

- On a obtenu 3,4 g de cristaux après recristallisation.

Données



Acide salicylique



Acide acétylsalicylique

Masse volumique de l'anhydride éthanoïque : $\mu = 1,08 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$

L'anhydride éthanoïque réagit très rapidement avec l'eau pour donner de l'acide éthanoïque (beaucoup moins réactif que l'anhydride).

Solubilité de l'acide acétylsalicylique dans l'eau à 15°C : 2,5 g·L⁻¹ ; dans l'éthanol à 25°C : 200 g·L⁻¹