Inde 2004 FABRICATION PUIS TITRAGE DE L'ASPIRINE (6 points)

1. Etude d'une estérification :

On considère une réaction d'estérification entre un acide carboxylique de formule R–COOH et un a1cool R'–CH_2OH.

A l'instant t = 0, on mélange 0,20 mol d'acide et 0,20 mol d'alcool. On effectue la réaction d'estérification en présence d'acide sulfurique à l'aide d'un chauffage à reflux.

1.1. Ecrire l'équation chimique correspondant à l'estérification.

1.2. On définit l'avancement x de la réaction par la quantité de matière d'ester formé au cours du temps.
Remplir la ligne concernant l'état intermédiaire dans le tableau d'avancement représenté en annexe.

1.3. Quel serait l'avancement x_{max} en fin de réaction si celle-ci était totale?

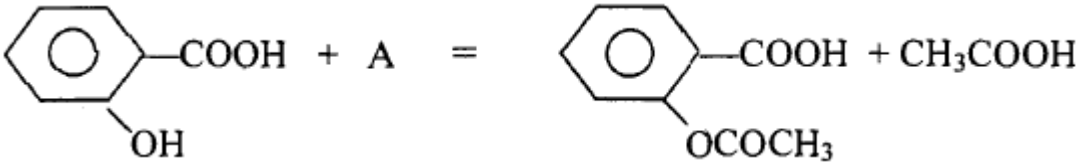
1.4. L'expérience donne un avancement x_{eq} = 0,13 mol d'ester à l'équilibre.
Compléter le tableau.
Calculer le rendement ρ de cette réaction.
Rendre avec la copie la feuille comportant le tableau (Annexe).

2. Synthèse de l'aspirine :

On prépare l'aspirine à partir de l'acide salicylique qui porte un groupement –OH (fixé sur le cycle benzénique) et peut, comme un alcool, subir une estérification.
Pour avoir un meilleur rendement, au lieu d'un acide carboxylique, on utilise un anhydride d'acide.

Dans un erlenmeyer, on introduit 5,00 g d'acide salicylique, 7,0 mL d'anhydride et 5 gouttes d'acide sulfurique. Ce mélange est chauffé à reflux à 60°C pendant 20 minutes avec agitation.
On retire l'erlenmeyer du bain-marie et, avec précaution, on ajoute environ 50 mL d'eau distillée froide par le haut du réfrigérant; on place l'erlenmeyer dans de l'eau glacée.
L'aspirine formée précipite; elle est ensuite filtrée sur büchner.
Pour purifier cette aspirine, on effectue une recristallisation dans un mélange eau-alcool. Pour cela, on dissout les cristaux dans 10 mL d'éthanol à 95° en chauffant au bain-marie. Après dissolution complète, on ajoute 30 mL d'eau chaude. On laisse ensuite refroidir à température ambiante puis dans la glace : l'aspirine précipite. On filtre et on sèche à l'étuve les cristaux obtenus.
Le produit sec est pesé : sa masse est de 4,20 g.

L'anhydride d'acide utilisé est noté A.
L'équation de la réaction de synthèse de l'aspirine est de la forme :



2.1. Préciser la formule semi-développée de l'anhydride A utilisé dans l'équation ci-dessus et donner son nom.

2.2. Dessiner et légender le montage de chauffage à reflux.

2.3. Déterminer le réactif limitant (consulter les données).

2.4. Calculer la masse d'aspirine obtenue si le rendement était de 100 %. Calculer le rendement effectif de cette réaction.

Données : - Masses molaires de :

- l'acide salicylique : 138 $g.mol^{-1}$
- l'anhydride A : 102 $g.mol^{-1}$
- l'aspirine : 180 $g.mol^{-1}$

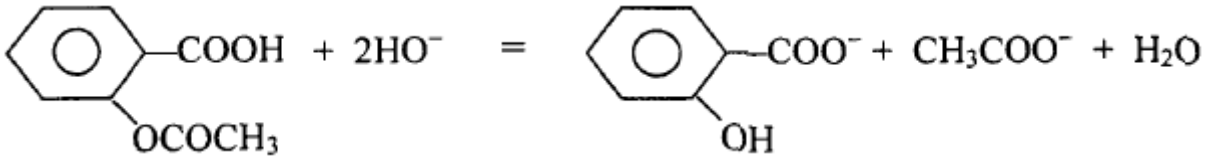
-Densité de l'anhydride A : 1,08

3. Titrage de l'aspirine :

On prélève 1,00 g de l'aspirine fabriqué précédemment et on en effectue un titrage indirect:

- on réalise l'hydrolyse de l'ester par un excès de soude puis
- les ions HO^- restants sont titrés â l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique.

Dans un erlenmeyer, on place 1,00 g d'aspirine, on ajoute un volume V_0 = 20,0 mL d'une solution d'hydroxyde de sodium de concentration C_0 = 1,00 $mol.L^{-1}$ et environ 20 mL d'eau. L'ensemble est chauffé sous reflux pendant 10 minutes. La solution obtenue est appelée S_1.
L'équation de la réaction correspondante est :



Après refroidissement, le contenu de l'erlenmeyer est versé dans une fiole jaugée de 250 mL.
De l'eau distillée est versée jusqu'au trait de jauge : soit S_2 la solution obtenue.
A l'aide d'une pipette jaugée, on prélève 10,0 mL de solution S_2 que l'on verse dans un bécher. On ajoute quelques gouttes de phénolphtaléine.
On effectue le titrage des ions HO^- en excès de S_2 par une solution d'acide chlorhydrique de concentration $C_1 = 5{,}00.10^{-2}$ $mol.L^{-1}$. Le volume versé à l'équivalence est V_1 = 7,4 mL.

3.1. Calculer la quantité de matière n_0 d'ions HO^- ajoutés à l'aspirine pour fabriquer S_1.

3.2. Ecrire l'équation de la réaction de titrage.

3.3 Calculer la quantité de matière n_1 d'ions HO^- titrés par l'acide chlorhydrique.
En déduire la quantité de matière n_2 d'ions HO^- en excès dans la solution S_1.

3.4. Calculer la quantité de matière n_{asp} puis la masse d'aspirine initialement présentes dans la solution S_1.

3.5. Comparer la valeur trouvée à la valeur attendue. Justifier l'écart observé.

ANNEXE (à rendre avec la copie)

Tableau d'avancement de la transformation liée à la réaction d'estérification

Equation	$R–COOH + R'–CH_2OH = ester + H_2O$				
Etat	Avancement (mol)	Quantités de matière (mol)			
		$R–COOH$	$R'–CH_2OH$	ester	H_2O
Etat initial	$x = 0$	0,20	0,20	0	0
Etat intermédiaire	x				
Etat d'équilibre	$x = x_{éq}$				