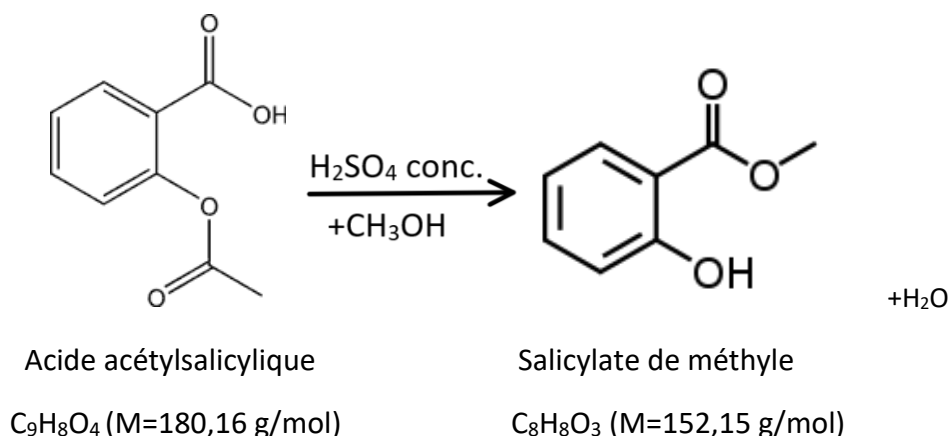


## TP 4 : synthèse du salicylate de méthyle par transestérification



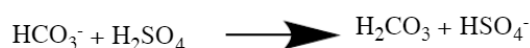
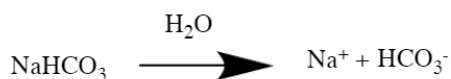
### Mode opératoire :

- Préchauffer la plaque chauffante.
- Verser 9,05g d'acide O-acétyl-salicylique dans le ballon en s'aidant d'un entonnoir à poudre.
- Ajouter 45ml de méthanol en rinçant l'entonnoir, voire le rodage.
- Dissoudre l'acide O-acétyl-salicylique en chauffant légèrement.
- Après dissolution, placer le ballon contenant la solution méthanolique dans un bain d'eau froide en agitant légèrement.
- Ajouter prudemment 8ml d'acide sulfurique sous agitation.
- Placer le ballon sur l'agitateur magnétique chauffant en l'attachant à un statif. Le ballon est surmonté d'un réfrigérant.
- Porter le mélange à reflux (si besoin, entourer le ballon et la plaque chauffante d'aluminium pour accélérer le chauffage ou éviter les pertes de chaleur). Maintenir à reflux pendant 90 min.
- Laisser refroidir à l'air 5 min (retirer la source de chauffage) en agitant le montage manuellement et légèrement.
- Continuer le refroidissement dans un bain d'eau glacée. Agiter le ballon pour accélérer le refroidissement.
- Verser 15g de glace directement dans le ballon puis 85ml d'eau déminéralisée en s'assurant que le mélange ne s'échauffe pas.
- Transvaser le mélange refroidi dans une ampoule à décanter avec un entonnoir.
- Rincer le ballon avec 2x15ml de cyclohexane. Les fractions organiques sont ajoutées dans l'ampoule à décanter.
- Agiter le mélange biphasique.
- Récupérer la phase organique.
- Répéter l'extraction de la phase aqueuse deux fois avec 25ml de cyclohexane.
- Les phases organiques rassemblées sont lavées par 25ml de solution aqueuse de bicarbonate de sodium 5%.
- Répéter le lavage avec 25ml de solution aqueuse de bicarbonate de sodium 5% en s'assurant que le pH est bien alcalin (basique).
- Vérifier le pH de la solution aqueuse.

- Laver la phase organique avec 2x25ml d'eau, puis avec 1x25ml de \$ de chlorure sodique saturée.
- Recueillir la phase organique dans un erlenmeyer sec.
- Après 10-15 min, tout en agitant régulièrement, récupérer la phase organique dans un ballon taré, en prenant soin d'éliminer le desséchant par filtration avec un filtre plissé.
- Rincer l'erlenmeyer puis le filtre avec 2x5ml de cyclohexane.
- Éliminer le solvant (max 100ml) avec l'évaporateur rotatif (demander l'aide d'un encadrant) jusqu'à ce que le liquide soit incolore et ait une odeur caractéristique.
- Récupérer l'huile dans un flacon préalablement taré et étiqueté avec le nom, prénom, et poids du produit.

## À savoir

- **Méthanol** : Agit comme solvant-réactif, sa concentration très élevée force le déplacement de l'équilibre vers les produits.
- **Acide sulfurique concentré** : AF (pka<1) catalyseur → accélère la réaction
- **Bicarbonate de sodium** : les ions hydrogénocarbonate neutralisent les traces restantes d'acide sulfurique, après séparation des 2 phases. Comme les ions sont des bases faibles, ils vont réagir avec le composé à neutraliser (acide sulfurique, fort) sans arracher des protons de l'espèce à isoler en phase organique (le salicylate de méthyle).  
C'est pourquoi on ne peut pas utiliser le NaOH pour neutraliser dans ce cas : c'est une base extrêmement forte en solution. Le bicarbonate de sodium est utilisé dans les comprimés effervescents → dégagement gazeux



- **Cyclohexane** : solvant organique permettant de séparer la phase aqueuse à base de méthanol de la phase organique, contenant le salicylate de méthyle
- **Eau déminéralisée** : Permet d'éliminer le bicarbonate de sodium préalablement ajouté pour neutraliser l'excès de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.  
Permet de dissoudre le méthanol pour qu'il soit solubilisé dans le cyclohexane.
- **Chlorure de sodium** : sert à casser l'émulsion ???
- **Sulfate de magnésium anhydre** : Suite à l'extraction, il pourrait y avoir des restes de phase aqueuse dans la phase organique et c'est pourquoi on séchera celle-ci sur sulfate de magnésium. Celui-ci est un desséchant chimique ayant la propriété de former un sel hydraté en emprisonnant l'eau de la phase organique.