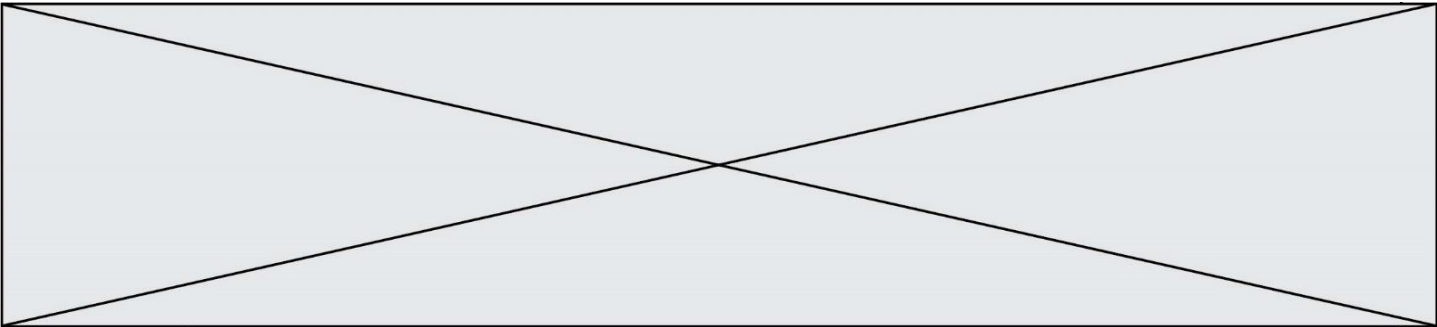




- ① Dans un ballon, introduire 8,7 g d'acide salicylique, 10 mL de méthanol, quelques gouttes d'acide sulfurique et un barreau aimanté.
- ② Chauffer à reflux pendant 2 heures.
- ③ Refroidir le mélange réactionnel à température ambiante et ajouter environ 100 mL d'eau.
- ④ Transvaser le mélange dans une ampoule à décanter et ajouter 25 mL de cyclohexane. Séparer les phases.
- ⑤ Laver la phase organique avec une solution d'hydrogénocarbonate de sodium afin d'éliminer les acides restant dans la solution.
- ⑥ Séparer les constituants de la phase organique par distillation.

➤ Propriétés des espèces chimiques de la synthèse à température ambiante (20 °C)

Page 2 / 9

Modèle CCYC : ©DNE

Nom de famille (naissance) :

(Suivi s'il y a lieu, du nom d'usage)

Prénom(s) :

N° candidat : N° d'inscription :

(Les numéros figurent sur la convocation.)

Né(e) le : / /

Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

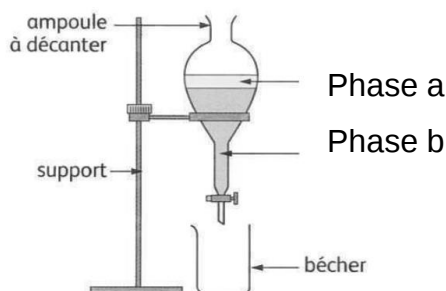
1.1

➤ Données de spectroscopie infrarouge

Liaison	C-C	C-O	C=O	C-H	O-H
Nombre d'onde (cm ⁻¹)	1000-1250	1050-1450	1650-1800	2800-3000	3200-3700

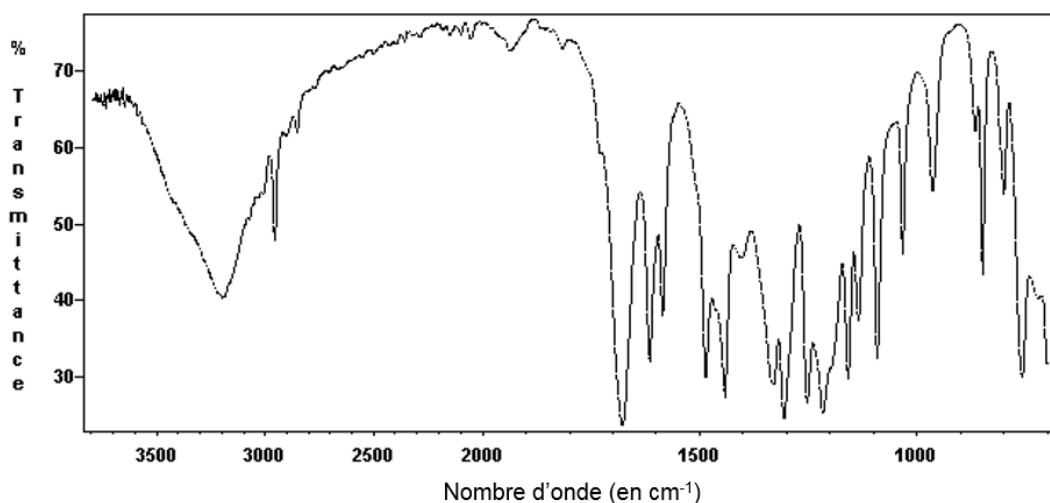
- Justifier le nom « méthanol » donné au réactif CH₃OH de la synthèse.
- Nommer les groupes caractéristiques présents dans la molécule d'acide salicylique.
- Donner et justifier l'état physique des réactifs à température ambiante (20 °C).
- Justifier l'utilisation du chauffage à reflux lors de cette synthèse.

Le schéma ci-dessous représente l'ampoule à décanter utilisée dans l'étape 4 du protocole de synthèse.



- Identifier le solvant contenu dans la phase a et celui contenu dans la phase b. Indiquer dans quelle phase se trouve le salicylate de méthyle. Justifier.

On réalise le spectre infrarouge du produit obtenu après purification, ci-dessous.



Source : www.fao.ord



6. Justifier que ce spectre permet d'identifier la formation de salicylate de méthyle au cours de cette synthèse.

Détermination du rendement

7. Déterminer les quantités de matière d'acide salicylique et de méthanol introduites initialement dans le milieu réactionnel.
8. Déterminer la quantité maximale de salicylate de méthyle qu'il est possible d'obtenir si la transformation est considérée comme totale.

A la fin de la synthèse on récupère une masse de 6,1 g de salicylate de méthyle.

9. Déterminer le rendement de cette synthèse.

Dosage du salicylate de méthyle dans un gel anti douleurs

Les gels anti douleurs à base de salicylate de méthyle sont très largement répandus pour soulager temporairement des douleurs musculaires ou articulaires causées par des foulures, des entorses, de l'arthrite, des ecchymoses ou des maux de dos. Lors de l'application du gel anti douleurs, une partie du salicylate de méthyle va être absorbée par la peau et se retrouver dans l'organisme. Il a été reporté plusieurs cas d'intoxications sévères, voire mortelles, dues à une concentration trop importante de salicylate de méthyle dans l'organisme suite à l'utilisation excessive de ce gel. Il est donc très important de respecter les consignes d'utilisation.

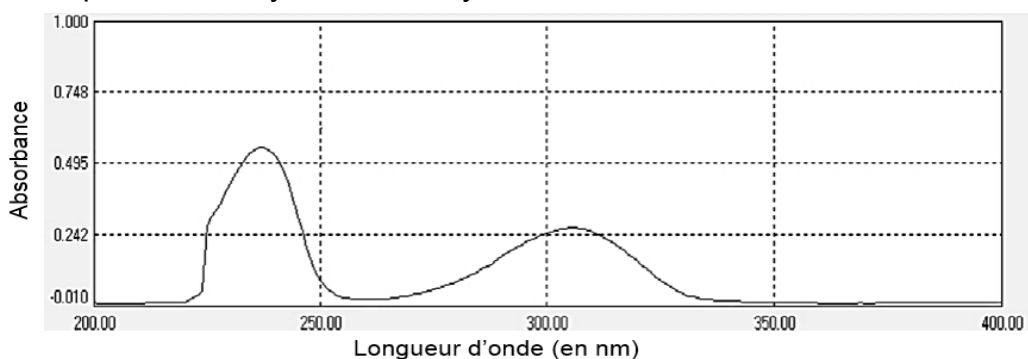
Une étude de 2012 montre que pour éviter tout risque d'utilisation de ce gel anti-douleurs, il ne faudrait pas qu'ils soient dosés à plus de 2,4 % (2,4 g de salicylate de méthyle pour 100 g de gel). Les limitations de concentration du salicylate de méthyle varient d'un pays à l'autre. La Norvège est stricte ; elle limite à 1 % en masse de salicylate de méthyle dans les gels pour la peau.

Source : RISKPROFILE Methyl salicylate CAS N o.119-36-8

On se propose de déterminer la concentration en masse de salicylate de méthyle dans un gel anti douleurs vendu en France par dosage spectrophotométrique.

Donnée :

Spectre d'absorption du salicylate de méthyle dans du méthanol :



Modèle CCYC : ©DNE

Nom de famille (naissance) :

(Suivi s'il y a lieu, du nom d'usage)

Prénom(s) :

N° candidat : N° d'inscription :

(Les numéros figurent sur la convocation.)

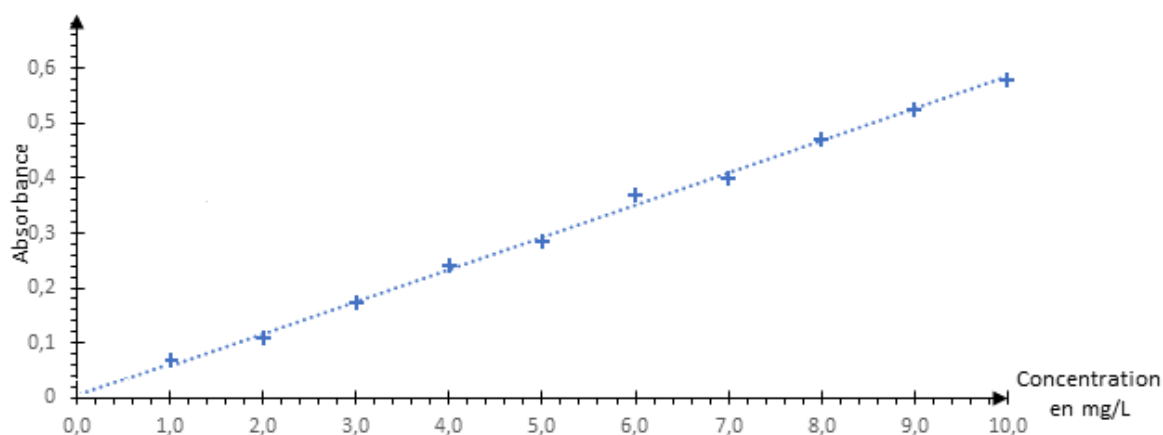
Né(e) le :

Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

1.1

On dispose d'un ensemble de solutions de salicylate de méthyle dissout dans du méthanol de concentration en masse variant de $1,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ à $10,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$. On mesure l'absorbance de ces solutions à la longueur d'onde $\lambda = 237 \text{ nm}$.

On place les différents points de cette gamme d'étalonnage sur le graphique représentant l'absorbance en fonction de la concentration en masse de salicylate de méthyle ci-dessous et on modélise les résultats obtenus par une fonction affine représentée par la droite en pointillés.



Source : development of UV Spectrophotometric Method For Determination of Methyl Salicylate In Bulk And Semisolid Formulation Dhawal Dorwal

Pour préparer la solution S contenant du gel anti douleurs, on dissout $6,0 \text{ mg}$ de gel anti douleurs dans du méthanol pour préparer 100 mL de solution. L'absorbance de cette solution est mesurée à la longueur d'onde $\lambda = 237 \text{ nm}$ et vaut $A_{\text{gel}} = 0,370$.

10. Indiquer le nom du domaine électromagnétique dans lequel le spectre d'absorption a été réalisé.
11. Justifier le choix de la longueur d'onde utilisée pour effectuer le dosage.
12. Déterminer la concentration en masse de salicylate de méthyle dans la solution S contenant du gel anti douleurs.
13. Déterminer si ce produit pourrait être vendu en Norvège.

L'élève est invité à prendre des initiatives et à présenter la démarche suivie, même si elle n'a pas abouti. La démarche est évaluée et nécessite d'être correctement présentée.