

# C09 – TP : Synthèse de l'aspirine

## CONTEXTE DE LA SITUATION

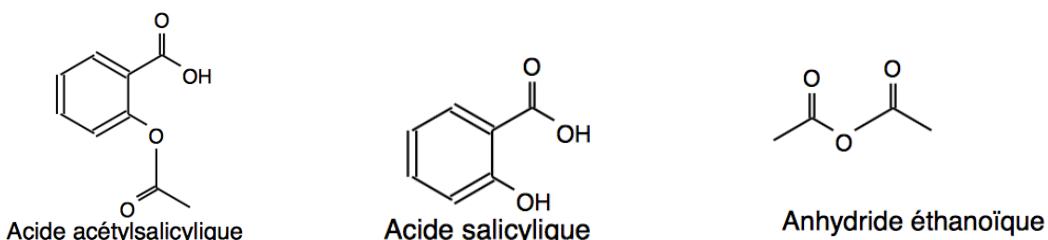
L'aspirine, ou acide acétylsalicylique fut synthétisée en 1897. C'est un dérivé de la salicine, que l'on trouve dans les feuilles de saule.

Le Saule est déjà utilisé il y a 2500 ans, en Chine et en Europe. Ses propriétés médicinales sont reconnues, mais il possède des inconvénients non négligeables (goût très amer et provoque des maux d'estomac). L'aspirine synthétisée en laboratoire est mieux tolérée par l'organisme.

***Le but de cette séance est de synthétiser de l'aspirine en laboratoire et d'analyser le produit fabriqué, ainsi que le protocole expérimental utilisé.***

## INFORMATIONS MISES À DISPOSITION

### Transformation chimique



L'équation de la réaction est :



### Données physico-chimiques

Espèces chimiques	Masse molaire (g/mol)	Température changement état (°C)	Densité	Solubilité	Sécurité
Acide salicylique	138	T <sub>f</sub> = 159	1,44	Peu soluble dans l'eau	
Anhydride éthanoïque	102	T <sub>eb</sub> = 136	1,08		 L'anhydride réagit violemment avec l'eau : il faut utiliser gants et lunettes !
Aspirine	180	T <sub>f</sub> = 140	1,40	Très peu soluble dans l'eau froide Soluble dans l'eau chaude et l'éthanol	
Acide éthanoïque	60	T <sub>eb</sub> = 118	1,08	Très soluble dans l'eau	

## Technique de la recristallisation

Lors de la synthèse de composé solide, les cristaux obtenus ne sont généralement pas purs. Il est nécessaire d'effectuer une purification par recristallisation. Il s'agit d'une méthode de purification d'un composé fondée sur la différence de solubilité dans un solvant entre ce composé et les impuretés en solution : la solubilité du composé est plus faible.

## TRAVAIL À EFFECTUER

### 1. Analyse des molécules mises en jeu

- 1.1. Identifier par des couleurs les fonctions organiques de l'acide salicylique et de l'aspirine.
- 1.2. Justifier l'appellation « acide » pour ces molécules.
- 1.3. En analysant les réactifs et les produits, indiquer à quelle catégorie de réaction appartient la synthèse de l'aspirine.

### 2. Synthèse de l'aspirine

#### 2.1. Mettre en œuvre le protocole suivant :

- Mettre des gants et des lunettes de protection.
- Un ballon a été préparé avec 7,0 mL d'anhydride éthanoïque et quelques gouttes d'acide sulfurique concentré.
- Peser 5,0 g d'acide salicylique et les introduire dans le ballon. Agiter avec une spatule pour homogénéiser et casser le bloc d'acide salicylique.
- Introduire quelques grains de pierre ponce dans le ballon.
- Installer le ballon sur le montage à reflux et mettre en route la circulation d'eau. La température **ne doit pas excéder 60 °C** (ne pas mettre le chauffage au-delà du premier cran de chauffage).
- Laisser chauffer pendant 20 min environ.

#### APPEL n°1

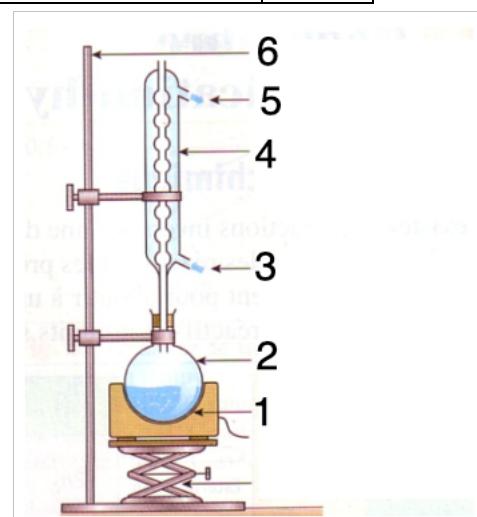


**Appeler le professeur pour lui présenter le montage expérimental ou en cas de difficulté**



#### 2.2. Analyse du protocole

- 2.2.1. Légender le montage suivant.
- 2.2.2. Quel rôle joue l'acide sulfurique concentré ?
- 2.2.3. Pourquoi chauffe-t-on le milieu réactionnel ?
- 2.2.4. Pourquoi utilise-t-on un réfrigérant lors de la synthèse ?
- 2.2.5. Quelles précautions doit-on prendre en manipulant l'anhydride éthanoïque et l'acide sulfurique concentré ?



#### 2.3. Étude théorique de la transformation

- 2.3.1. Calculer les quantités de matière initiales des réactifs.
- 2.3.2. Calculer l'avancement maximal.
- 2.3.3. Calculer la masse d'aspirine théoriquement attendue.

#### APPEL FACULTATIF



**Appeler le professeur en cas de difficulté**



### 3. Traitement de l'aspirine synthétisée

#### 3.1. Cristallisation de l'aspirine

3.1.1. Mettre en œuvre le protocole suivant :

- Retirer le ballon avec précaution.
- Verser avec précaution, par petites quantités, environ 30 mL d'eau froide mesurée à l'éprouvette graduée.
- Placer l'rlenmeyer dans un bain d'eau glacée pendant une dizaine de minutes.

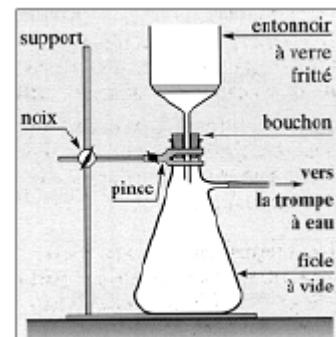
On observe la cristallisation de l'aspirine. On pourra éventuellement initier la cristallisation en grattant le fond de l'rlenmeyer avec un agitateur en verre.

3.1.2. Justifier l'apparition du précipité d'aspirine lors du refroidissement dans le bain d'eau glacée.

#### 3.2. Filtration des cristaux sur Büchner

3.2.1. Mettre en œuvre le protocole suivant pour la filtration Büchner :

- Placer un disque de papier filtre dans le fond de l'entonnoir Büchner.
- Faire couler l'eau alimentant la trompe à eau avec un débit suffisant.
- Appuyer sur le Büchner pour qu'il colle à la fiole à vide.
- Verser un peu d'eau distillée froide pour faire coller le filtre au Büchner.
- Verser le mélange à filtrer.
- Pour arrêter, retirer le tuyau qui est emboîté sur l'rlenmeyer avant d'éteindre l'eau sous peine de reflux.
- Récupérer l'aspirine formée dans une coupelle préalablement pesée.



3.2.2. Quel est l'intérêt de la trompe à eau pour la filtration sur Büchner ?

3.2.3. Calculer le rendement de la synthèse de l'aspirine. Commenter

#### 3.3. Purification par recristallisation (non fait en classe)

Le protocole est le suivant :

- Introduire l'aspirine précédente dans un erlenmeyer propre. Ajouter 5 mL d'éthanol.
- Chauffer sur l'agitateur magnétique chauffant en agitant à la main : l'aspirine se redissout.
- Ajouter ensuite 30 mL d'eau distillée et laisser refroidir lentement, sans agiter dans un bain d'eau glacée.
- Filtrer à nouveau sur Büchner.
- Récupérer le maximum d'aspirine dans une coupelle préalablement pesée.

3.3.1. En analysant les données du début du TP, expliquer pourquoi on a choisi l'éthanol, puis l'eau pour recristalliser l'aspirine.

3.3.2. La recristallisation est effectuée à froid. En déduire si les impuretés sont plus ou moins solubles dans l'eau à froid que l'aspirine.

3.3.3. Pourquoi ne doit-on pas utiliser une quantité d'eau trop importante pour la recristallisation ?

### 4. Analyse du produit obtenu par chromatographie

4.1. Mettre en œuvre le protocole suivant :

- Préparer une solution du produit synthétisé dans l'éthanol.

- Réaliser une CCM comportant 3 dépôts différents : l'acide salicylique AS, l'aspirine synthétisée S et un échantillon d'aspirine commerciale C (dans les flacons sur le bureau du professeur).
- L'éluant est un mélange cyclohexane / éthanoate d'éthyle en proportion 50/50 déjà mis dans la cuve.
- Après élution, révéler avec une lampe à UV.

4.2. A-t-on synthétisé de l'aspirine ? Justifier.

4.3. L'étape de recristallisation aurait-elle été utile ? Justifier.

**APPEL n°2**



**Appeler le professeur pour lui présenter vos résultats ou en cas de difficulté**



*À la fin de la séance, reprendre la grille d'auto-évaluation du début du chapitre pour la remplir.*