

## TP 11

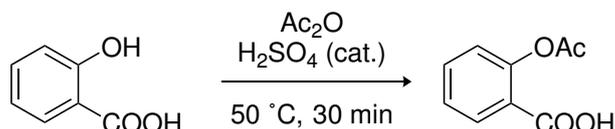
## SYNTHÈSE DE L'ASPIRINE

	 fiche(s) TP à maîtriser	 	 à préparer en amont
4 heures	• Fiche n° 8 : montage à reflux	Blouse tout le TP	-

## PROGRAMME OFFICIEL :

Notions et contenus	Capacités exigibles
Transformations à chaud, à froid, à température ambiante. Contrôle et régulation de la température du milieu réactionnel.	Choisir la verrerie adaptée à la transformation réalisée et aux conditions opératoires mises en œuvre. Réaliser le ou les montages appropriés et en expliquer le principe et l'intérêt.
Séparation d'un liquide et d'un solide.	Réaliser et mettre en œuvre une filtration simple, une filtration sous pression réduite. Choisir et justifier la méthode de filtration adaptée au système étudié.
Recristallisation d'un solide.	Expliquer et mettre en œuvre la technique de recristallisation. Justifier à l'aide de données pertinentes et/ou par l'observation le choix d'un solvant de recristallisation et la quantité mise en œuvre.

Au cours de cette activité expérimentale, on s'intéresse à l'acide acétylsalicylique, plus communément appelé aspirine, de formule moléculaire  $C_9O_4H_8$ . L'aspirine est le médicament le plus utilisé dans le monde aujourd'hui pour ses propriétés analgésiques (contre les douleurs) et antipyrétiques (contre la fièvre).



## Matériel à disposition :

- nécessaire à reflux
- ballon (50 mL)
- éprouvettes graduées de 10 et 50 mL
- entonnoir à solide
- fiole à vide + entonnoir BÜCHNER
- cristalliseur



## Produits à disposition :

- acide salicylique
- anhydride éthanoïque
- acide sulfurique concentré ( $\approx 18 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ )
- eau distillée

## OBJECTIF(S) DU TP :

- Synthétiser de l'acide acétylsalicylique et le caractériser.

# I. Synthèse

## Protocole à suivre

- ☞ Réaliser un **montage de chauffage à reflux** avec un cristalliseur en verre pyrex et un dispositif d'**agitation** et **chauffage**. Penser à graisser le rodage.
  - ☞ À l'aide d'une verrerie sèche, introduire directement dans le ballon :
    - \* 4,7 g environ exactement d'**acide salicylique**;
    - \* 5,4 g d'**anhydride acétique** environ;
- Appeler le professeur (appel 1)
- \* 5 gouttes d'**acide sulfurique** concentré.
  - ☞ Verser de l'eau chaude dans le cristalliseur et **chauffer** le mélange en agitant une **trentaine de minutes**. La température doit être comprise entre 50 et 60 °C. La température du bain marie ne doit pas dépasser 60 °C.
  - ☞ Retirer le bain marie. Tout en agitant, verser lentement par le sommet du réfrigérant environ 20 mL d'**eau distillée froide**.

Appeler le professeur (appel 2)

- ☞ **Refroidir** le ballon à l'aide d'un mélange eau-glace tout en agitant.
- ☞ **Filtrer** sous pression réduite sur un entonnoir BÜCHNER. Laver les cristaux à l'eau froide et les essorer.
- ☞ Placer ces cristaux à l'**étuve**, dans un verre de montre préalablement taré, à 80 °C.

# II. Purification

## Protocole à suivre

- ☞ Mettre en œuvre la **recristallisation** à l'aide d'un solvant éthanol/eau (1/5).

Appeler le professeur (appel 3)

# III. Caractérisations

## Protocole à suivre

- ☞ Mettre en œuvre les caractérisations : **température de fusion**, chromatographie sur couche mince (**CCM**). Pour la CCM, l'éluant est un mélange AcOEt/cyclohexane (6/4). Les trois dépôts à réaliser sont :
  - \* **aspirine synthétisée** expérimentalement solubilisée dans de l'AcOEt;

- \* solution d'**aspirine pure** commerciale solubilisée dans de l'AcOEt;
- \* **Acide salicylique** dans de l'AcOEt.

Appeler le professeur (appel 4)

## IV. Exploitation des résultats - compte rendu

### Dans le compte-rendu :

- Calcul du rendement de synthèse.
- Justification de toutes les étapes de synthèse et traitement.
- Analyse du contrôle de pureté par CCM, justification des ordres d'éluion pour les différentes espèces chimiques.
- Analyse de la température de fusion.
- Analyse du spectre RMN  $^1\text{H}$  du produit fourni en annexe.

### Annexe

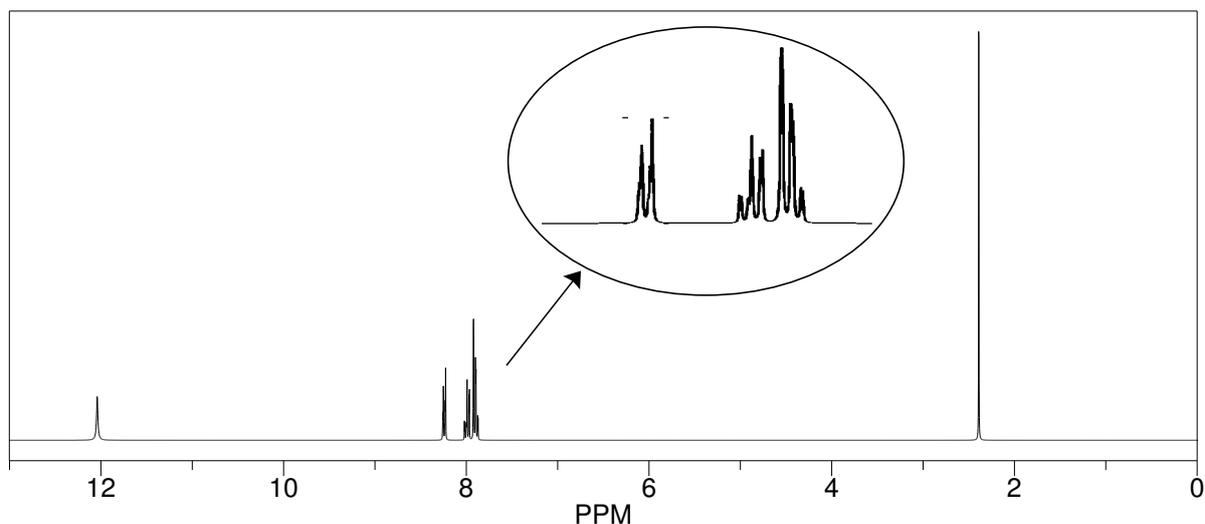
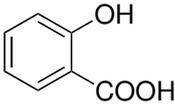
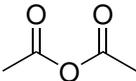


FIGURE 1 – Spectre RMN  $^1\text{H}$  de l'acide acétylsalicylique.

### À la fin du TP, je dois savoir...

- ☞ Mettre en œuvre un montage à reflux.
- ☞ Effectuer une recristallisation.
- ☞ Contrôler la pureté d'un produit de synthèse par CCM.

## Sécurité

produit	pictogrammes de sécurité	phrases de risque H
<p><b>acide salicylique (C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>)</b>  <i>M</i> = 138,12 g · mol<sup>-1</sup></p> 		<p>H302 - Nocif en cas d'ingestion            H318 - Provoque de graves lésions des yeux            H361d - Susceptible de nuire au fœtus</p>
<p><b>anhydride éthanóique (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>)</b>  <i>M</i> = 102,1 g · mol<sup>-1</sup></p> 		<p>H226 - Liquide et vapeurs inflammables            H302 - Nocif en cas d'ingestion            H314 - Provoque de graves brûlures de la peau et de graves lésions des yeux            H330 - Mortel par inhalation            H335 - Peut irriter les voies respiratoires</p>
<p><b>acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</b>  <i>M</i> = 98,08 g · mol<sup>-1</sup>            p<i>K</i><sub>a,1</sub> = -3, p<i>K</i><sub>a,2</sub> = 1,9</p>		<p>H314 - Provoque de graves brûlures de la peau et de graves lésions des yeux.</p>