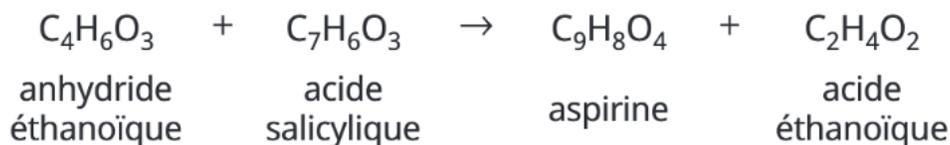


## TP3: SYNTHESE DE L'ASPIRINE

L'aspirine est un des médicaments les plus consommés dans le monde.  
 Sa synthèse au laboratoire est relativement simple : elle est obtenue par réaction entre l'anhydride éthanoïque et l'acide salicylique.



**ANHYDRIDE ETHANOIQUE**

$\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_3$   
 $d = 1,08$

**DANGER**

*Ne pas respirer  
 (dégage des vapeurs irritantes)  
 Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves*

**ACIDE SULFURIQUE**

$\text{H}_2\text{SO}_4$

**DANGER**

*Ne pas respirer  
 (dégage des vapeurs irritantes)  
 Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves*

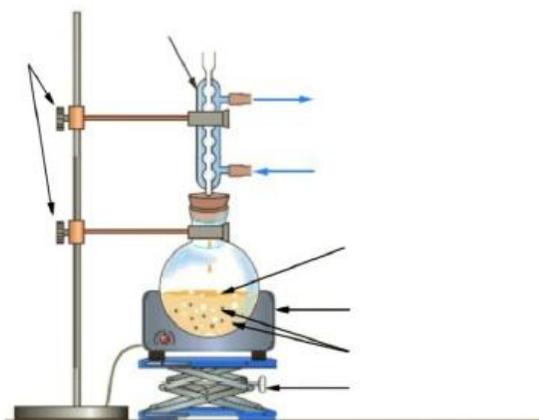
**ACIDE SALICYLIQUE**

$\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$

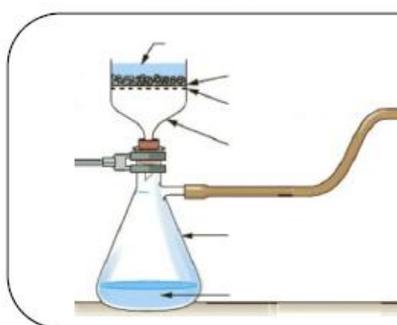
**DANGER**

*Nocif en cas d'ingestion  
 Provoque des lésions oculaires graves*

### I- LA SYNTHESE



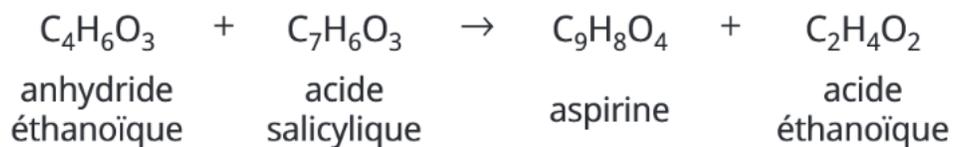
### II- LA SEPARATION



### III- L'ANALYSE PAR CCM (CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE)

(B) : aspirine issue de la synthèse  
 (C) : aspirine issue du médicament (Aspirine du Rhône)





## ETAPE N°1 : SYNTHÈSE DE L'ASPIRINE

---



**Allumer** l'agitateur magnétique. (Appuyer sur l'interrupteur situé sur le côté gauche)



**Régler** le chauffage sur 40°C en appuyant **sur** le bouton rond de gauche puis en tournant.



**Prenez** des gants à votre taille et des lunettes (ou sur lunettes)



Dans une coupelle bien sèche, **peser**  $m = 3,50$  g d'acide salicylique



A l'aide d'un entonnoir, **introduire** l'acide salicylique pesé dans le ballon bien sec. Faites glisser toute la poudre avec la spatule, (s'il en reste un peu ce n'est pas grave, on en a tenu compte dans les calculs).



Ne surtout pas ajouter d'eau

**Boucher** le ballon avec un bouchon en plastique.

**Prenez** votre ballon bouché puis allez devant la hotte au fond de la salle.

**ⓘ A FAIRE SOUS LA HOTTE :**

A l'aide du compte-gouttes, verser 5 mL d'anhydride éthanoïque dans une éprouvette.

**Verser** ces 5 mL d'anhydride éthanoïque dans le ballon.

**Ajouter** dans le ballon 3 gouttes d'acide sulfurique concentré.

**Boucher** le ballon puis revenez à votre place.



**Placer** le turbulent (agitateur blanc) dans le ballon.

**Visser**, sans forcer, le ballon sous le réfrigérant

**Ouvrir doucement** le robinet d'eau pour refroidir le mélange avec l'aide du réfrigérant. Laisser couler l'eau pendant tout le chauffage.

A l'aide du support élévateur (sous le chauffage) **monter** l'agitateur et le cristalliseur de façon à ce qu'il touche légèrement le ballon.

**Allumer** la rotation du turbulent (appuyer sur le bouton rond de droite puis tourner)

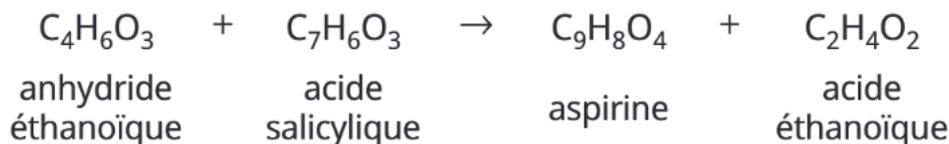


On verse de l'eau chaude 40°C dans le cristalliseur autour du ballon.

**Maintenir** le chauffage pendant environ 20 minutes. Pendant le chauffage, **Passer** à l'étape 4

## ETAPE N°2 : SEPARATION DE L'ASPIRINE

---



Le réactif limitant étant l'acide salicylique, tout l'anhydride éthanoïque introduit au départ n'a pas réagi.

Il y a donc dans le ballon à la fin de la réaction : de l'anhydride éthanoïque, de l'aspirine et de l'acide éthanoïque.

Par action de l'eau (= hydrolyse), l'anhydride éthanoïque en excès va être transformée en acide éthanoïque (= vinaigre) puis éliminée en réalisant une filtration.

Après les 20 min, **arrêter** le chauffage en appuyant sur l'interrupteur situé sur le côté gauche



**Abaisser** le support élévateur ; NE PAS ARRETER L'EAU DU ROBINET.

**Rincer** l'entonnoir avec l'eau distillée.

**Mesurer** avec l'éprouvette environ 20 mL d'eau froide

**Verser** ces 20 mL d'eau par-dessus le réfrigérant (avec l'entonnoir)

**Fermer** l'eau du robinet.

**Descendre** l'agitateur (attention au cristalliseur), puis dévisser le ballon

Avec la canne aimantée, **recupérer** le turbulent blanc.

**Boucher** le ballon.



**Allez** sur la table en face pour réaliser la séparation de l'aspirine.

Tout en tenant le bouchon, **remuer** le ballon de façon à décoller le mélange des parois.

Après avoir placé un papier filtre sur le Buchner, **ouvrir** à fond le robinet d'eau puis **verser** votre mélange dans l'entonnoir. Vous pouvez utiliser une spatule pour gratter les parois ou casser l'aspirine.

Il reste encore du mélange dans le ballon. **Ajouter de nouveau** 20 mL d'eau froide dans le ballon, puis remuer de façon à décoller ce qui reste. Verser le contenu du ballon dans le Buchner.



**Ajouter une troisième fois** 20 mL d'eau froide dans le ballon, puis remuer de façon à décoller ce qui reste. Verser le contenu du ballon dans le Buchner.

Dès qu'il ne coule plus d'eau de l'entonnoir, **fermer** le robinet d'eau.

Peser la soucoupe blanche et noter la masse sur le dessus.

**Récupérer**, avec une spatule, les cristaux d'aspirine et les placer dans une soucoupe blanche.



Repasser maintenant à la [chromatographie](#), étape 3

## ETAPE N°4 : CHROMATOGRAPHIE

---

Nous allons comparer par chromatographie l'aspirine que vous avez synthétisée avec l'aspirine achetée dans le commerce dans une pharmacie.

**Verser** environ 0,5 cm d'éluant au fond d'une cuve (numéro de vos tables) sous la hotte puis mettre le couvercle.

Sur un chromatogramme, **tracer** un trait au crayon papier à environ 1 cm d'en bas puis **inscrivez** en dessous : (voir exemple ci-contre)

**A<sub>c</sub>** pour aspirine du commerce

**A<sub>s</sub>** pour aspirine que vous avez synthétisé

[Revenir](#) à l'étape 2.



A<sub>c</sub> est l'aspirine du commerce déjà préparée et placée sur la hotte.

Il faut préparer A<sub>s</sub>, l'aspirine que vous avez synthétisée :  
Dans un petit tube à essai, ajouter de l'alcool et **placez** une pointe de spatule de l'aspirine se situant dans votre coupelle.  
Boucher et mélanger



A l'aide des capillaires, **réaliser** sur votre chromatogramme, les 2 dépôts d'aspirine A<sub>c</sub> et A<sub>s</sub>

Pour réaliser l'élution, **déposer** délicatement votre chromatogramme dans la cuve portant votre numéro de table sous la hotte puis replacer le couvercle.

**Placer** la soucoupe avec le reste d'Aspirine dans l'étuve au fond de la classe.

Une fois l'élution terminée, **sortez** votre chromatogramme de la cuve, **séchez-la** avec le sèche-cheveux puis **placez** la sous la lampe UV. **Entourer** alors au crayon papier toutes les taches visibles.

## **Nettoyage :**

**Rincer à l'eau du robinet toute la verrerie** bécher, entonnoir ...

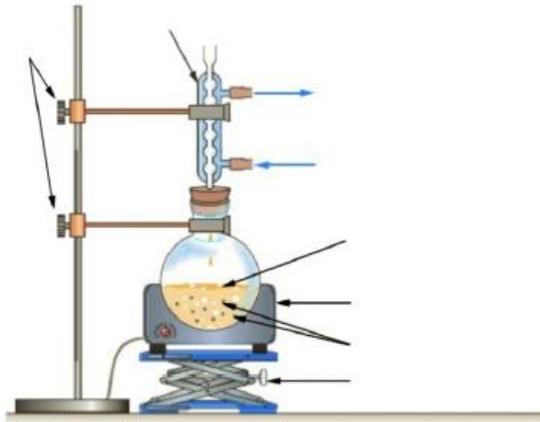
### **Dans l'évier :**

Tous les liquides

### **Dans la poubelle :**

Tous les solides, papier filtre ...

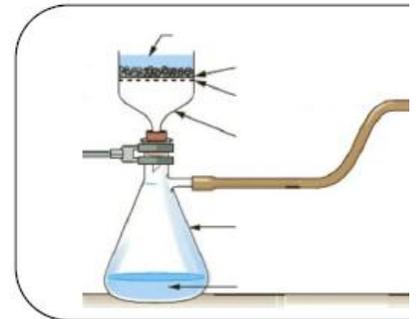
## I- QUESTIONS RELATIVES A LA SYNTHÈSE



- 1- Légèder le schéma du montage de la synthèse de l'aspirine
- 2- Quel est le rôle du chauffage ? De l'addition des gouttes d'acide sulfurique ?
- 3- Quelle est le rôle de la pierre ponce dans le montage à reflux ?
- 4- Quel est le rôle des réfrigérants à eau et à air ? Pourquoi doivent-ils rester ouverts à l'autre extrémité ?
- 5- Qu'appelle-t-on un reflux ?
- 6- Pourquoi doit-on utiliser un ballon bien sec ?
- 7- Quels sont les réactifs et les produits de cette synthèse ?
- 8- Sachant que les formules brutes des réactifs et des produits sont les suivantes :  
acide salicylique  $C_7H_6O_3$                       acide acétique  $C_2H_4O_2$   
anhydride acétique  $C_4H_6O_3$                       acide acétylsalicylique  $C_9H_8O_4$   
Ecrire l'équation bilan de cette réaction d'estérification

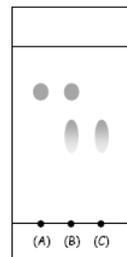
## II- QUESTIONS RELATIVES A LA SEPARATION

- 9- Que contient le ballon après l'ajout d'eau par le réfrigérant ?
- 10- Annoter le schéma de la filtration sur Büchner.
- 11- Pourquoi l'eau doit-elle être très froide ?



## III- QUESTIONS RELATIVES A L'ANALYSE PAR CCM

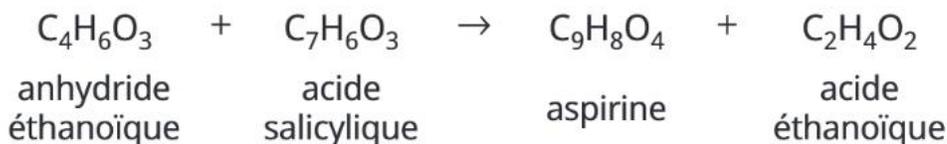
- 12- Le chromatogramme ci-contre montre l'aspect de la plaque après élution et révélation.
- 13- Interpréter ce chromatogramme :  
(A) : acide salicylique pur  
(B) : aspirine issue de la synthèse  
(C) : aspirine issue du médicament (Aspirine du Rhône)



## 44 Synthèse de l'aspirine

L'aspirine est un des médicaments les plus consommés dans le monde.

Sa synthèse au laboratoire est relativement simple : elle est obtenue par réaction entre l'anhydride éthanoïque et l'acide salicylique.



Le protocole expérimental est le suivant :

**A** On introduit dans un ballon 21,6 g d'anhydride éthanoïque, 10,0 g d'acide salicylique et quelques gouttes d'acide sulfurique concentré qui sert de catalyseur (utilisé pour accélérer la réaction).

COLLEGE PENNE D&#039;AGE1 x Physique Chimie 2Bde /2010 - x Espace 2de

https://fr.calameo.com/read/004956979392f1bee580d

LEQUIPE Webmail Hotmail E.LECLERC Drive Cyberplus Penne-d'Agenais Penne-d'Agenais Meteociel COLLEGE PENNE D&#039;... Penne d'Agenais Amazon leboncoin Enfants sites Futuroscope My Syma

**bordas** éditeur

blanc cristallise alors.

**D** On filtre le mélange et on récupère le solide.

**E** Pour identifier le produit formé, on réalise une chromatographie : on utilise un échantillon E du solide obtenu à la fin de la synthèse et un témoin T qui est de l'aspirine pure. Après révélation, on obtient le chromatogramme ci-contre.

**Données :**  
Masse d'un atome de carbone :  $m_C = 2,00 \times 10^{-23}$  g.  
Masse d'un atome d'oxygène :  $m_O = 2,67 \times 10^{-23}$  g.  
Masse d'un atome d'hydrogène :  $m_H = 1,67 \times 10^{-24}$  g.  
Nombre d'Avogadro :  $N_A = 6,02 \times 10^{23}$  mol<sup>-1</sup>.  
Masse volumique de l'anhydride éthanoïque :  $\rho = 1,08$  g · mL<sup>-1</sup>.  
L'aspirine est très peu soluble dans le mélange réactionnel à basse température.

1. Quels sont les réactifs de cette synthèse ?
2. Vérifier que l'équation modélisant la transformation chimique est bien ajustée.
3. Quel volume d'anhydride éthanoïque doit-on mesurer pour prélever la masse requise ?
4. a. Montrer que la quantité initiale d'anhydride éthanoïque est égale à 0,11 mol.  
b. La quantité initiale d'acide salicylique est égale à

Au cours de la croissance d'une plante, un glucide, le glucose de formule  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ , réagit avec le dioxygène.

De jour, lorsque la plante reçoit de la lumière, un autre phénomène, beaucoup plus efficace que la respiration est à prendre en compte : la photosynthèse. Au cours de cette réaction, le  $\text{CO}_2$  réagit avec l'eau, il se forme du glucose  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$  et du dioxygène  $\text{O}_2$ .

- Préparer un exposé oral de quelques minutes permettant de présenter les deux transformations chimiques dont parle l'énoncé. Préciser notamment leurs points communs, leurs différences et leur intérêt pour la vie animale.

**46 RETOUR SUR LA PAGE D'OUVERTURE**