

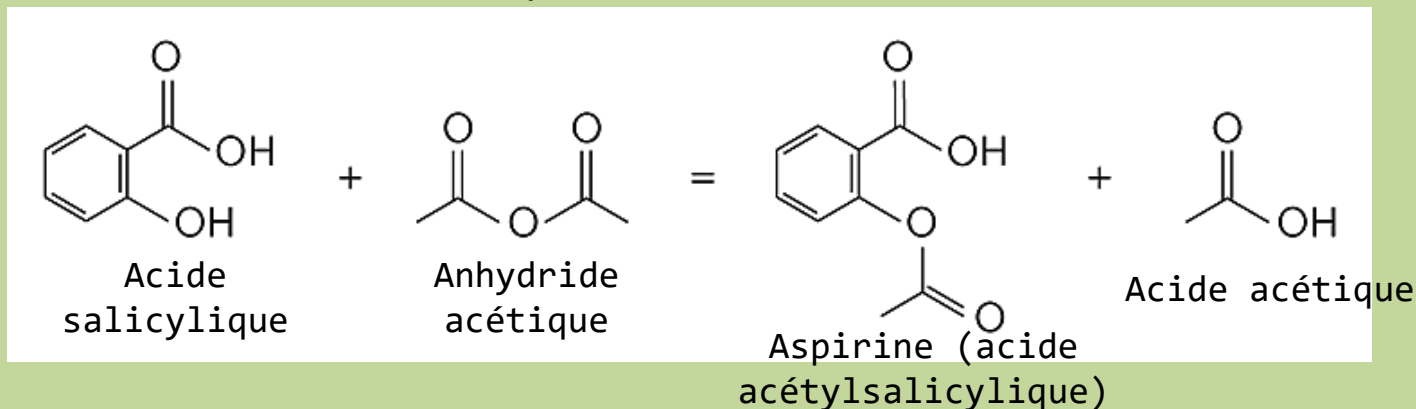
# TP N°20 : Synthèse et purification de l'aspirine



L'objectif de ce TP est de synthétiser l'aspirine et de la recrystalliser pour obtenir des cristaux presque purs.

# Etape 1 : Montage de synthèse

L'aspirine peut être synthétisée de deux façons différentes (appelées voies de synthèse). La voie de synthèse utilisée dans ce TP consiste à faire réagir deux molécules : l'acide salicylique (à l'origine extrait de l'écorce de saule et aujourd'hui obtenu par la chimie du pétrole) et l'anhydride acétique (obtenu par la chimie du pétrole). La réaction, à chaud (60°C) et en présence de quelques gouttes d'acide sulfurique concentré (catalyseur qui accélère la réaction), permet de former de l'aspirine.

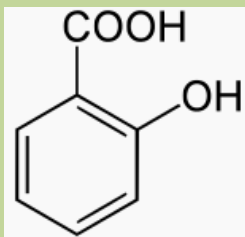


□ Proposer le schéma d'un montage permettant de réaliser la synthèse de l'aspirine à partir de 1,5g d'acide salicylique, de 3mL d'anhydride acétique et de 2 gouttes d'acide sulfurique. Le montage devra permettre de :

- Contrôler la température du chauffage
- Maintenir une agitation constante du milieu réactionnel
- Empêcher toute perte de matière au cours du chauffage
- Permettre l'arrêt rapide du chauffage à la fin

- ❑ Préparer votre montage
- ❑ Introduire les réactifs dans le ballon, sous hotte. Une fois les réactifs introduits, vous emmènerez avec précautions le ballon **bouché** à votre pailleasse avant de le raccorder à votre montage.
- ❑ Faire chauffer pendant au moins 20 minutes en commençant à thermostat élevé avant d'éteindre le chauffage une fois les 60°C atteints

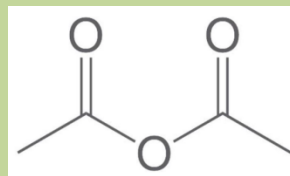
Acide salicylique



- $C_7H_6O_3$
- $M = 138,12 \text{ g.mol}^{-1}$
- Solubilité dans l'eau :  $2\text{g.L}^{-1}$  à  $20^\circ\text{C}$
- Sécurité :



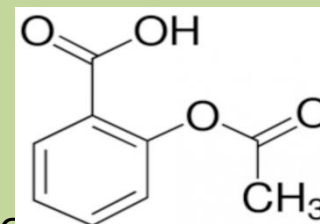
Anhydride acétique



- $C_4H_6O_3$
- $M = 102,09 \text{ g.mol}^{-1}$
- $\rho = 1,08 \text{ g.mL}^{-1}$
- Sécurité :



Acide acétylsalicylique (aspirine)



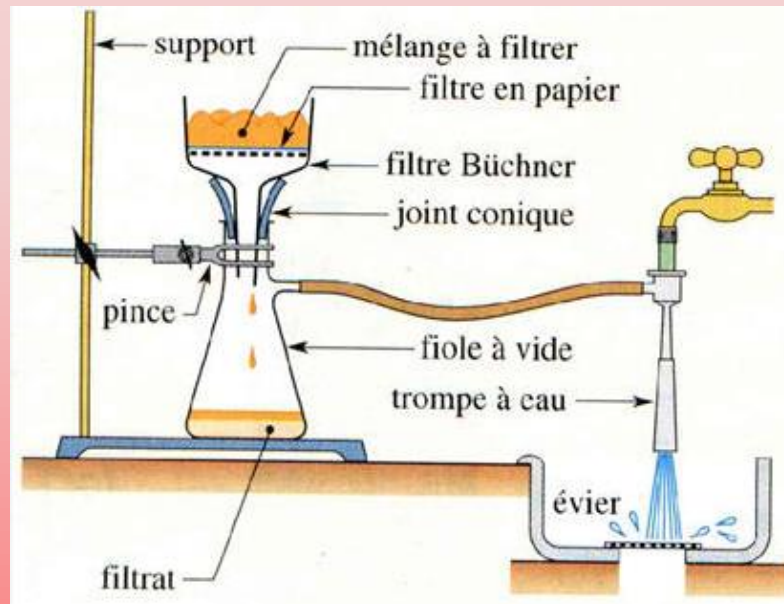
- $C_9H_8O_4$
- $M = 180,16 \text{ g.mol}^{-1}$
- Solubilité dans l'eau :  $4\text{g.L}^{-1}$  à  $20^\circ\text{C}$
- Sécurité :



- ❑ Pendant le chauffage, déterminer le réactif limitant de la réaction et en déduire la masse maximale d'aspirine qu'on peut espérer obtenir

## Etape 2 : Extraction par filtration

- ❑ Une fois le chauffage terminé, laisser le ballon refroidir quelques minutes, puis introduire environ 30mL d'eau froide par le haut du réfrigérant. Cette opération a pour but de neutraliser l'anhydride acétique en excès dans le mélange en le transformant en acide acétique (molécule qu'on trouve dans le vinaigre).
- ❑ Dévisser alors le ballon et introduire son contenu dans un bécher que vous placerez dans un bain de glace.
- ❑ Au bout de quelques instants, l'aspirine précipite. Filtrer alors le contenu du bécher sur Büchner.



## Etape 3 : Recristallisation

L'aspirine obtenue n'est pas pure. Il peut rester des traces d'acide salicylique qui n'a pas réagi. Pour la purifier, on va utiliser la technique de recristallisation. On doit pour cela choisir un solvant qui respecte les conditions suivantes :

- ✓ l'aspirine et l'acide salicylique y sont solubles à chaud.
- ✓ L'acide salicylique y est soluble à froid également
- ✓ L'aspirine n'y est en revanche pas soluble à froid

Une fois le solvant choisi, on procède ainsi : on dissout entièrement le produit (aspirine + traces d'acide salicylique) dans un minimum de solvant à chaud. Une fois que tout est dissout, on laisse refroidir le solvant. Comme l'aspirine n'y est pas soluble à froid, elle recristallise petit à petit. En revanche, l'acide salicylique reste dissout dans le solvant. Il ne reste plus qu'à filtrer.

- ❑ Le solvant chaud est présent au bureau (il s'agit d'un mélange eau/éthanol). Après avoir bien lu le document et réfléchi aux étapes de la manipulation, procéder à la recristallisation de votre aspirine.