

## TP N°14-PROF : HEMISYNTHESE DE L'ASPIRINE A PARTIR D'UN ANHYDRIDE D'ACIDE

### Propriétés de l'aspirine :

Analgésique : supprime la douleur (Antalgique : soulage la douleur)  
Anti-inflammatoire : traite les inflammations  
Antipyrétique : combat la fièvre

### Technique de recristallisation :

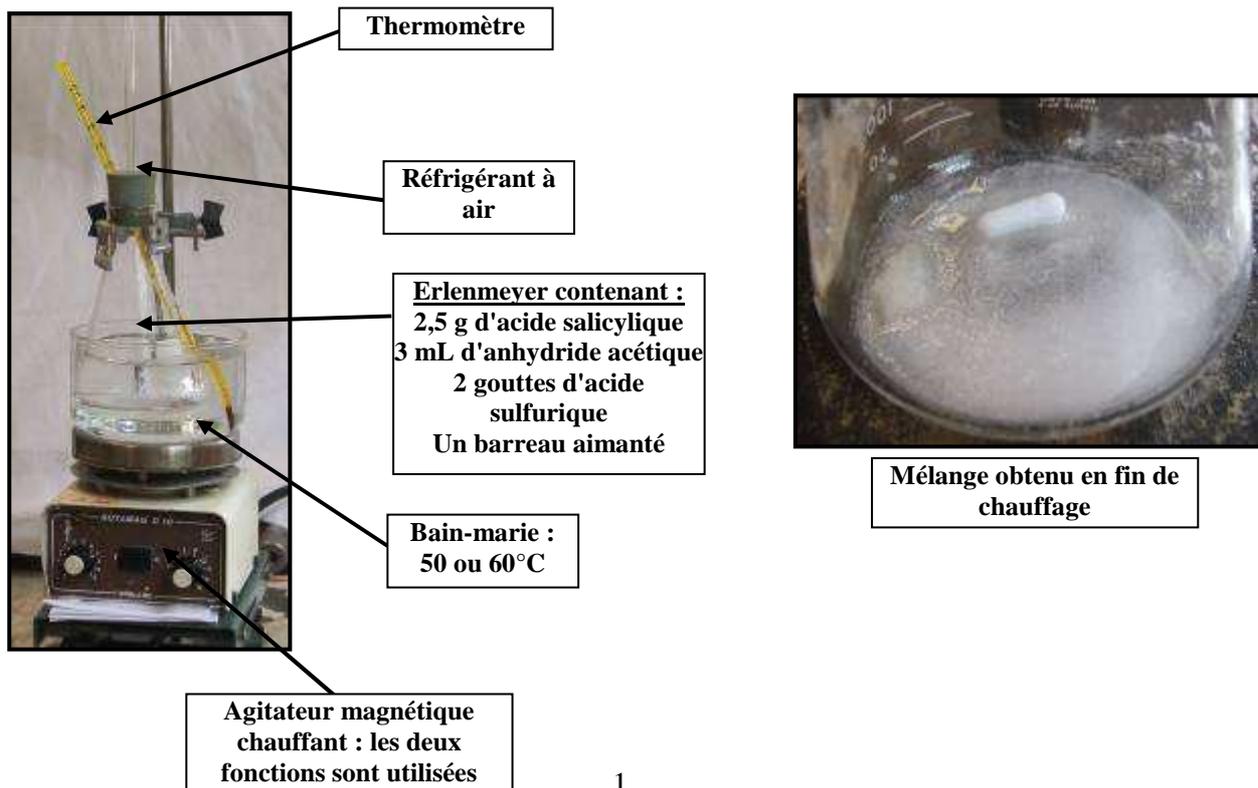
- La recristallisation est une technique de base pour purifier les solides.
- Elle repose sur la **différence de solubilité entre le composé à purifier et ses impuretés** dans le solvant choisi. Par hypothèse, nous supposons que les impuretés sont en concentration bien plus faible que le produit à purifier.
- La solubilité d'un composé augmente généralement avec la température. Ainsi, on dissout le composé à purifier dans le minimum de solvant porté à ébullition.
- Par refroidissement, la solution se sature en composé à purifier (notons que selon l'hypothèse la solution n'est pas saturée en impuretés).
- Les impuretés sont séparées du produit final en deux grandes étapes :
  - ✓ Une filtration à chaud (verser la solution encore bouillante sur un filtre) de la solution permet l'élimination des impuretés insolubles à chaud
  - ✓ Les impuretés solubles restent alors en solution. Une simple filtration permettra de séparer le solide pur de la solution.

### Hémisynthèse :

Lorsqu'on prépare un produit à partir de réactifs déjà élaborés, on parle d'hémisynthèse.

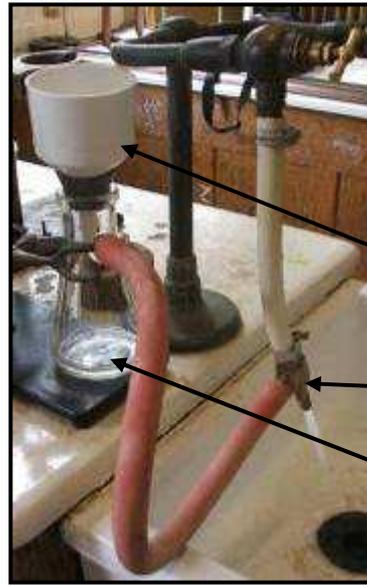
### III Questions :

1) Photos des manipulations :





**Cristallisation dans un bain d'eau glacée**



**Filtre Buchner**

**Trompe à eau**

**Fiole à vide**

**Filtration avec dispositif Buchner**



**Solide avant recrystallisation**



**Recrystallisation avec éthanol : sur plaque chauffante, dissolution totale du solide**



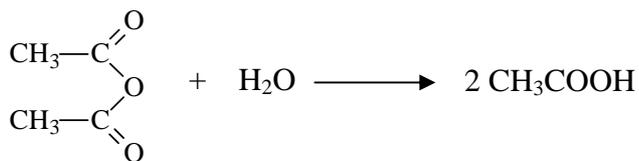
**Ajout d'un volume triple d'eau et mise dans un bain de glace**



**Résultat obtenu après nouvelle filtration Buchner : cristaux d'acide acétylsalicylique**



2) Réaction de l'hydrolyse de l'anhydride acétique en excès :



- 3) La **verrerie bien sèche** doit être bien sèche car sinon, on réalise l'hydrolyse de l'anhydride dès qu'il est versé dans l'erlenmeyer : on n'a donc plus les bons réactifs.
- 4) A la fin de la recristallisation, on obtient de l'éthanol dans le filtrat. On a également une quantité d'acide acétique résultat de l'hydrolyse de l'anhydride en excès. On a le catalyseur de la réaction, l'acide sulfurique.  
On doit également avoir un peu d'acétate d'acétyle, ester obtenu à partir de l'acide éthanoïque et de l'éthanol.
- 5) On cherche à fabriquer de l'aspirine, donc tout ce qui n'est pas de l'aspirine est appelé impureté. Celle qui en plus grande quantité est l'acide éthanoïque, produit de la réaction que l'on élimine des cristaux d'aspirine par filtration Buchner.
- 6) **Il est inutile de vérifier le point de fusion de l'aspirine** grâce au banc Köfler car l'acide acétylsalicylique se **décompose à la chaleur** vers 128°C. L'intérêt de la manipulation est donc juste de manipuler une première fois le banc.
- 7) **Calcul du rendement :**

a. **Quantité d'acide salicylique :**  $n = \frac{m}{M} = \frac{2.5}{7 \cdot 12.0 + 6 \cdot 1.00 + 3 \cdot 16.0} = \frac{2.5}{138} = 1.8 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$

**Quantité d'anhydride éthanoïque :** on a  $d = 1.082$ , on sait donc que  $\rho = 1.082 \text{ g/mL}$

D'où  $m = \rho \times V = 1.082 \times 3.0 = 3.2 \text{ g}$ .

Et  $n = \frac{m}{M} = \frac{3.2}{4 \cdot 12.0 + 6 \cdot 1.00 + 3 \cdot 16.0} = \frac{3.2}{102} = 3.1 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$

- b. On obtient 1.9 g de produit sec.
- c. Le réactif en défaut est l'acide salicylique. Et lorsqu'une mole de celui-ci réagit, une mole d'aspirine est formée. Alors :  
Pour calculer le rendement on va utiliser la formule :

$$\eta = \frac{n(\text{aspirine obtenue})}{n(\text{acide salicylique départ})}$$

Calculons  $n(\text{aspirine obtenue})$  :  $n = \frac{m}{M} = \frac{1.9}{9 \cdot 12.0 + 8 \cdot 1.00 + 4 \cdot 16.0} = \frac{1.9}{180} = 1.1 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$

Donc  $\eta = \frac{1.1 \cdot 10^{-2}}{1.8 \cdot 10^{-2}} = 61\%$

- d. On doit théoriquement avoir un rendement bien plus important en utilisant de **l'anhydride acétique par rapport à l'acide acétique** car la réaction entre l'anhydride et l'alcool est totale.