

Synthèse organique

TP de sciences physiques - niveau 1re

Un comprimé d'aspirine contient de l'acide acétylsalicylique, que l'on prépare au laboratoire à partir de l'acide salicylique. Dans ce TP de synthèse organique, tu vas fabriquer ce médicament, le purifier, vérifier sa pureté et mesurer l'efficacité de ta synthèse.

Ce TP est à **télécharger en PDF et à imprimer gratuitement** : le bouton se trouve en bas de la page, sans inscription.

Objectif du TP de synthèse organique

Réaliser la synthèse de l'aspirine, l'isoler par filtration, contrôler sa pureté (température de fusion, CCM) et calculer le rendement.

Matériel

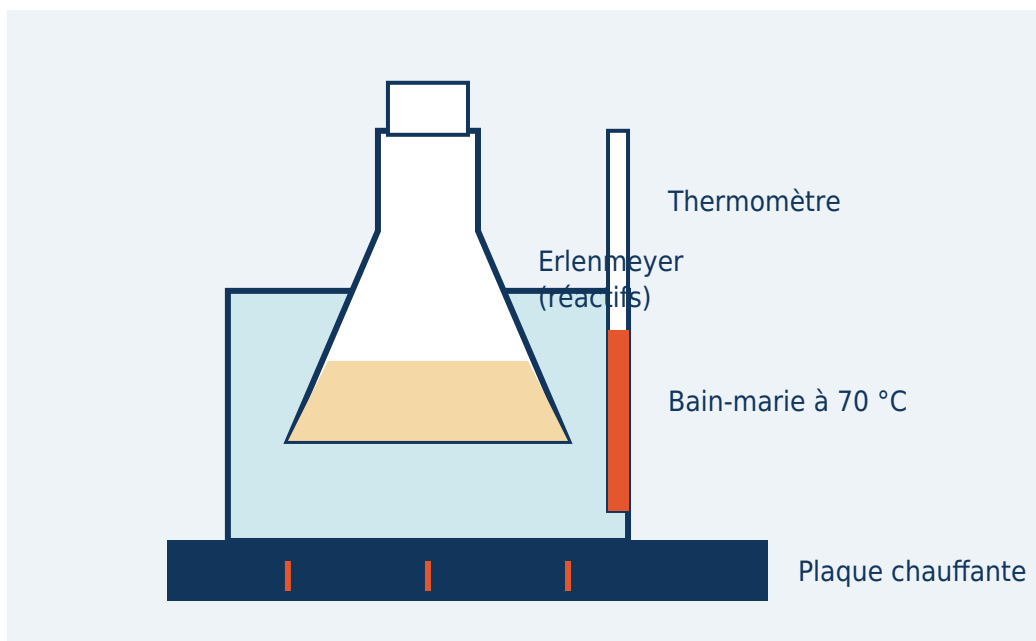
- Acide salicylique (2,00 g) et anhydride éthanoïque (5,0 mL)
- Acide phosphorique concentré (quelques gouttes) comme catalyseur
- Erlenmeyer sec de 100 mL, éprouvette graduée sèche, balance au 0,01 g
- Bain-marie (bécher d'eau chaude à 70 °C) sur plaque chauffante, thermomètre
- Bain d'eau glacée, eau distillée glacée
- Büchner, fiole à vide, papier filtre, trompe à eau
- Banc Kofler ou appareil de mesure de la température de fusion
- Plaque de CCM, éluant, lampe UV, capillaires

Sécurité

SÉCURITÉ

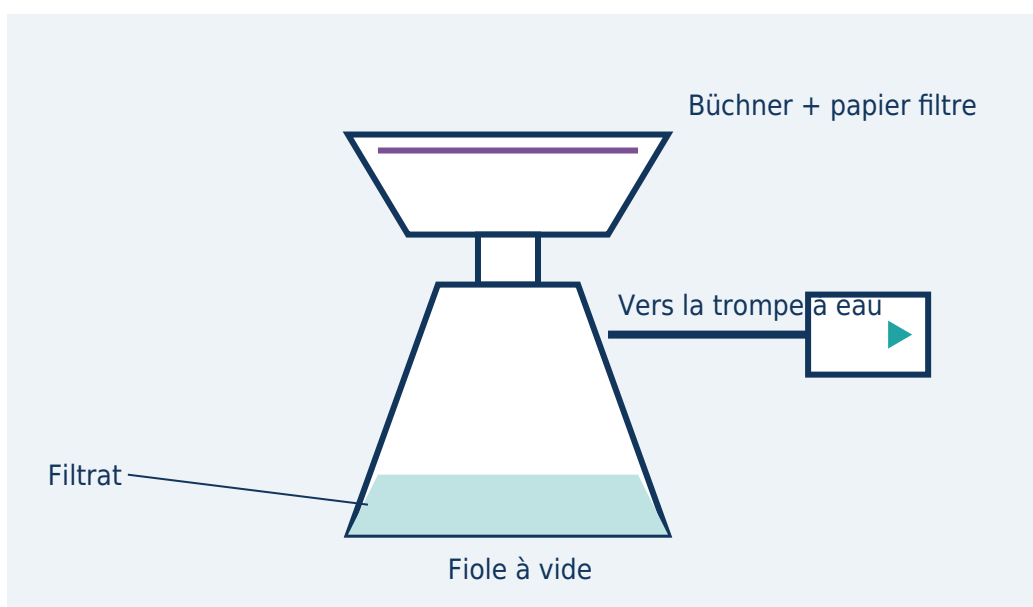
Lunettes et gants obligatoires, blouse fermée. L'anhydride éthanoïque et l'acide phosphorique sont corrosifs : manipuler **sous la hotte**. L'ajout d'eau sur l'excès d'anhydride est exothermique : ajouter l'eau lentement. Ne jamais goûter le produit.

Protocole



Montage de la transformation : erlenmeyer dans un bain-marie thermostaté.

1. Peser 2,00 g d'acide salicylique dans l'erlenmeyer sec et noter la masse exacte.
2. Sous la hotte, ajouter 5,0 mL d'anhydride éthanoïque (éprouvette sèche), puis 5 gouttes d'acide phosphorique concentré.
3. Placer l'erlenmeyer dans le bain-marie à 70 °C pendant 15 min en agitant doucement ; contrôler la température.
4. Retirer l'erlenmeyer, laisser refroidir, puis ajouter lentement 2 mL d'eau distillée (réaction vive possible), puis 30 mL d'eau glacée.
5. Gratter les parois, refroidir 10 min dans le bain d'eau glacée jusqu'à cristallisation.
6. Essorer sur Büchner sous pression réduite ; rincer deux fois avec 5 mL d'eau glacée.
7. Sécher le solide à l'air ou à l'étuve (50 °C) puis peser : m_{brut} .
8. Mesurer la température de fusion au banc Kofler.
9. Réaliser la CCM de ton produit, de l'acide salicylique et d'une aspirine de référence ; révéler sous UV et mesurer d et D.



Filtration sous pression réduite du solide cristallisé.

Mesures à relever

Grandeur	Valeur
Masse d'acide salicylique m (g)	
Volume d'anhydride V (mL)	
Masse d'aspirine brute sèche m_{brut} (g)	
Température de fusion (°C) : début et fin	
d pour l'aspirine, le produit et l'acide salicylique (cm)	
D, distance parcourue par le front (cm)	

Questions

1. Écris l'équation de la réaction et indique le rôle de l'acide phosphorique.
2. Calcule les quantités de matière des deux réactifs ($M(\text{acide salicylique}) = 138,1$; $M(\text{anhydride}) = 102,1 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$; $\rho(\text{anhydride}) = 1,08 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$) et identifie le réactif limitant.
3. Calcule la masse maximale d'aspirine ($M = 180,2 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$).
4. Calcule le rendement de ta synthèse.
5. Pourquoi rince-t-on avec de l'eau glacée et non de l'eau chaude ?
6. Calcule les rapports frontaux et conclus sur la pureté du produit ; confronte avec la température de fusion tabulée (135 °C).
7. Pourquoi un rendement supérieur à 100 % serait-il suspect ? Cite deux sources de pertes de ta manipulation.

Pour aller plus loin

- Purifier le produit par recristallisation et recalculer le rendement et la température de fusion.
- Étudier l'influence de la durée de chauffage sur la masse obtenue.

