

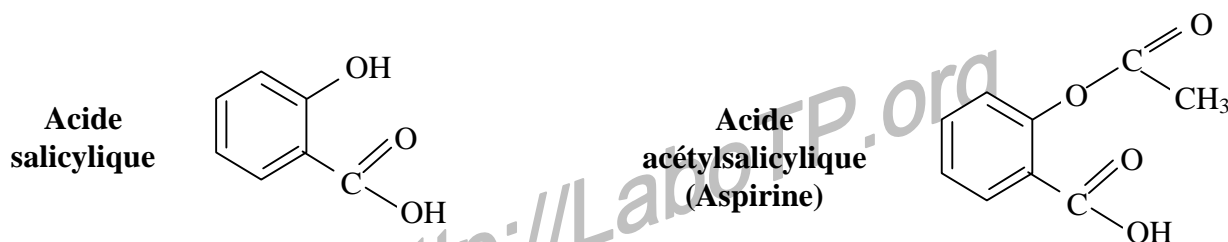
SYNTHESE DE L'ASPIRINE

Objectifs: réaliser une étape de la synthèse industrielle de l'aspirine et vérifier la pureté du produit obtenu.

I. LE MEDICAMENT ASPIRINE

1) L'acide salicylique et l'acide acétylsalicylique

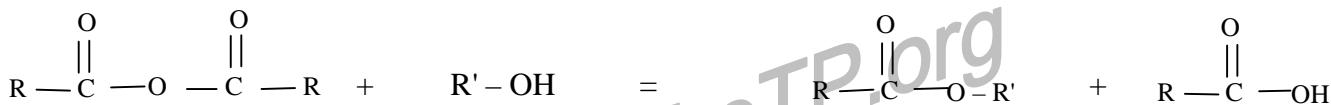
- L'aspirine est le nom commercial de l'acide acétylsalicylique.
- L'aspirine est synthétisé par estérification entre l'anhydride éthanoïque et l'acide salicylique.



- Copier les formules de l'acide salicylique et l'acide acétylsalicylique. Identifier les fonctions organiques oxygénées de ces deux molécules.
- Écrire la formule de l'anhydride éthanoïque.

2) Synthèse d'un ester à partir d'un anhydride d'acide

- Un anhydride d'acide réagit avec un alcool pour former un ester et un acide carboxylique.



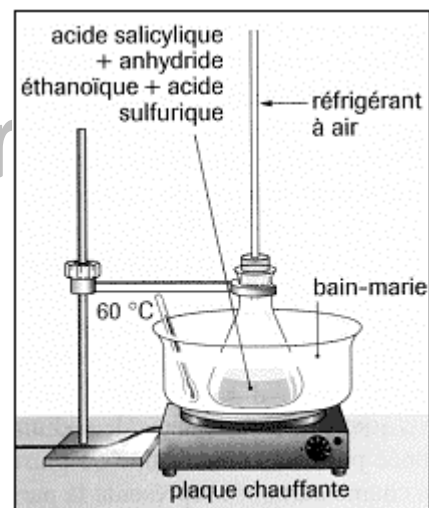
- La réaction est **totale** et **rapide** à chaud.

- Écrire l'équation de la réaction d'estérification à partir d'un acide carboxylique et d'un alcool. Quelles sont les propriétés de cette réaction.
- Écrire l'équation de la réaction de synthèse de l'aspirine à partir de l'anhydride éthanoïque et de l'acide salicylique.
- Pourquoi l'estérification, à partir d'un anhydride d'acide, est totale ?

II. MODE OPERATOIRE

1) Synthèse

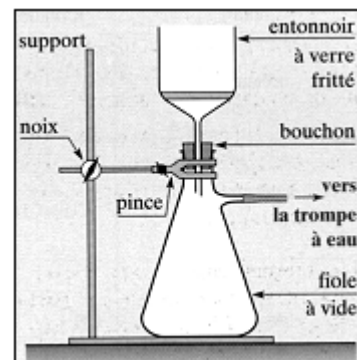
- Mettre des gants et des lunettes de protection.
- Préparer un bain marie à 70°C avec la plaque chauffante, un bol et un thermomètre. La température ne devra pas dépasser 70 °C. Thermostat à 6-7.
- Introduire dans un erlenmeyer **3,5 g** d'acide salicylique en poudre.
- Ajouter **5,0 mL** d'anhydride éthanoïque.
- Ajouter 2 gouttes d'acide sulfurique concentré avec un compte goutte. Agiter pour dissoudre le mélange.
- Adapter un réfrigérant à air sur l'erlenmeyer (voir schéma).
- Chauffer le mélange au bain-marie (70°C) pendant 20 min environ tout en agitant régulièrement.



- Pourquoi chauffe-t-on ? Quel est le rôle de l'acide sulfurique ?
- Quelles précautions doit-on prendre en manipulant l'anhydride éthanoïque et l'acide sulfurique concentré ?
- Calculer la quantité initiale d'acide salicylique. ($M(\text{as}) = 138 \text{ g.mol}^{-1}$)
- Calculer la quantité initiale d'anhydride éthanoïque. ($M(\text{ae}) = 102 \text{ g.mol}^{-1}$; $\mu(\text{ae}) = 1,08 \text{ g.mL}^{-1}$)
- Calculer l'avancement maximal, x_{max} .
- Calculer la masse d'aspirine que obtient si le rendement de la préparation de l'aspirine est de 90 % . ($M(\text{asp}) = 180 \text{ g.mol}^{-1}$).

2) Séparation

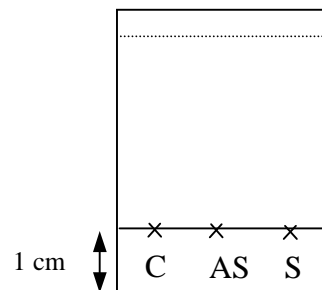
- Retirer l'erenmeyer du bain-marie.
- Refroidir l'erenmeyer sous l'eau du robinet puis ajouter progressivement, **par petites quantités**, environ 70 mL d'eau distillée froide. On observe la *crystallisation* de l'aspirine.
- On pourra éventuellement initier la cristallisation en grattant le fond de l'erenmeyer avec un agitateur en verre.
- Placer l'erenmeyer dans un bain d'eau glacée (eau froide + glaçons) pendant 10 minutes. **Ne pas agiter !!**
- Filtrer sur montage Buchner (voir schéma) et rincer à l'eau distillée froide.
- Pour pouvoir calculer un rendement, il faudrait sécher parfaitement les cristaux dans une étuve.



- Quel réactif élimine-t-on quand on ajoute de l'eau froide au mélange réactionnel ? Écrire l'équation de la réaction.
 - Que peut-on dire la solubilité de l'aspirine dans l'eau ? Pourquoi ?
- Sécher les cristaux avec du papier filtre.

3) Vérification de la pureté de l'aspirine par chromatographie

- Verser 5 mL d'éluant dans le bécher à chromatographie.
Composition de l'éluant en volume : 40 mL de cyclohexane
20 mL d'acide méthanoïque
60 mL d'acétate de butyle
 - Préparer une solution du produit synthétisé et purifié dans l'éthanol (4 pointes de spatule dans un mini tube).
 - Sur la plaque, avec des piques, faire 2 dépôts: (vérifier les dépôts sous UV).
C : solution dans l'éthanol d'aspirine contenue dans un Comprimé
AS : solution d'Acide Salicylique dans l'éthanol
S : solution du produit Synthétisé dans l'éthanol
 - Mettre à éluer.
 - Révéler sous UV et entourer les tâches observées.
- Faire le schéma légendé du dispositif expérimental qui permet de réaliser la chromatographie.
 - Le produit synthétisé contient-il de l'aspirine ? Pourquoi ?
 - Est-ce de l'aspirine pure ? Pourquoi ?
 - Calculer les rapports frontaux R_f de l'acide salicylique et de l'aspirine.



SYNTHÈSE DE L'ASPIRINE

• Paillasse élève:

- 3,5 g d'acide salicylique dans pilulier.
- 5,0 mL d'anhydride éthanóique dans tube à essai vissé et fermé.
- erlenmeyer 250 mL + condenseur à air
- acide sulfurique concentré 2 mol.L^{-1} dans flacon
- bec électrique + cuve métallique + potence + pince métallique
- thermomètre
- bain marie d'eau froide avec glaçon
- dispositif filtration Buchner (filtre Buchner + fiole de garde + papier filtre rond ...)
- capsule de pesée.
- éprouvette graduée 10 mL

Chromatographie:

- plaque CMM 4 cm × 5 cm ou 3 cm × 4 cm
- éluant: 40 mL de cyclohexane + 20 mL d'acide méthanoïque + 60 mL d'acétate de butyle dans un flacon sur paillasse prof
- bécher à chromatographie 150 mL
- lampe à UV