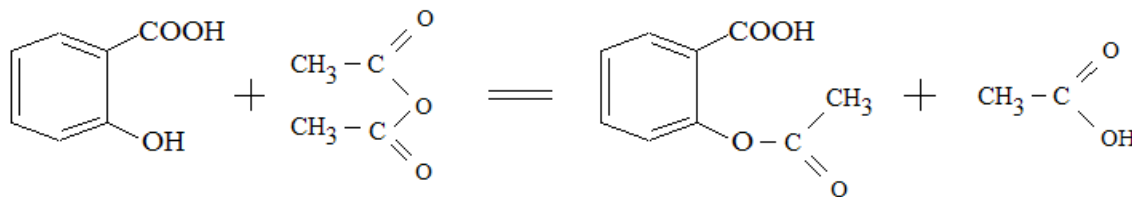


HEMI SYNTHÈSE DE L'ASPIRINE

Objectif : - réaliser une étape de la préparation industrielle de l'aspirine, purifier un produit par recristallisation.

Une synthèse consiste à préparer un produit à partir des matières premières fournies par l'industrie chimique. Mais lorsque l'on prépare un produit à partir de produits déjà élaborés, on parlera d'**héli synthèse**.

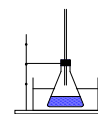
L'acétylation de l'acide salicylique par l'anhydride acétique est un exemple d'héli synthèse qui conduit à l'acide acétylsalicylique ou aspirine.



I. Préparation du montage.

Dans un erlenmeyer de 100 mL, introduire successivement :

- 3 g d'acide salicylique,
- 6 mL d'anhydride acétique mesurés à l'éprouvette
- !! Prendre des gants et porter des lunettes !!**
- 3 à 4 gouttes d'acide sulfurique concentré à l'aide d'un compte-goutte.



Adapter un réfrigérant à air à l'erlenmeyer, ainsi qu'un anneau de lestage, et chauffer pendant 20 minutes à l'aide d'un bain-marie maintenu à 60°C. Agiter de temps en temps.

❖ Annoter le montage ci-contre.

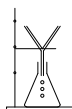
✎ Nommer les molécules et identifier les groupements fonctionnels dans l'équation de la réaction de synthèse de l'acide acétylsalicylique.

II. Récupération de l'aspirine formée.

- Sortir l'erlenmeyer du bain-marie pour le refroidir lentement sous un filet d'eau froide.
- Retirer le réfrigérant à air puis ajouter au mélange 50 mL d'eau, par petites quantités, en agitant vigoureusement entre chaque ajout : il s'agit d'hydrolyser l'anhydride acétique en excès.
- Placer ensuite l'erlenmeyer dans un cristalliseur contenant de la glace.
- Filtrer le mélange réactionnel, laver les cristaux avec de l'eau froide puis récupérer-les.

Selon les disponibilités, la filtration se fera :

Sur filtre classique avec un entonnoir.



Sur Büchner avec une trompe à vide.



- ❖ Schématiser l'erlenmeyer après refroidissement. Que peut-on dire de la solubilité de l'aspirine dans l'eau ?
- ❖ Annoter les schémas des deux dispositifs de filtration.
- ✎ Ecrire l'équation de la réaction d'hydrolyse de l'anhydride acétique.
- ❖ Que trouve-t-on dans le filtrat obtenu ?

III. Recrystallisation.

- Nettoyer l'erenmeyer pour y introduire les cristaux obtenus.
 - Verser dans l'erenmeyer 6 mL d'éthanol et chauffer au bain-marie porté à 80°C.
 - Si nécessaire, ajouter de l'éthanol par petite fraction de 0,5 mL jusqu'à dissolution totale, sans dépasser un volume total de 8 mL.
 - Ajouter alors un triple volume d'eau chaude.
 - Sortir enfin l'erenmeyer du bain-marie, le laisser refroidir lentement à température ambiante puis ensuite dans un bain de glace.
 - Filtrer une dernière fois les cristaux obtenus, puis les récupérer dans une coupelle.
- ❖ *Après observation, commenter la recrystallisation de l'aspirine.*
- ❖ *Que peut-on dire de sa solubilité dans le solvant choisi ?*

IV. Vérification de la pureté du produit obtenu.

1°. Par une méthode chimique :

Préparer deux tubes à essai contenant quelques mL d'eau distillée puis ajouter:

- Dans le premier, quelques cristaux d'acide salicylique.
- Dans le second, quelques cristaux d'aspirine obtenue.

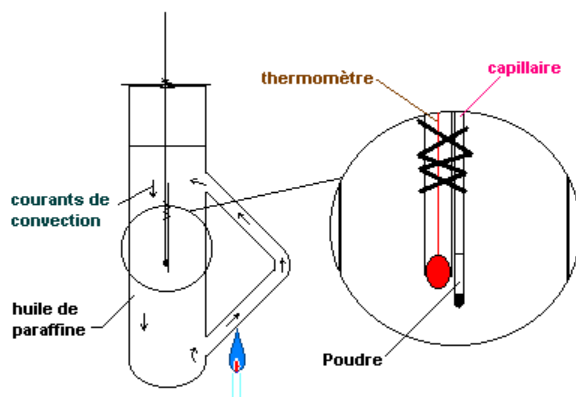
Ajouter ensuite dans chaque tube, 1 goutte de solution de chlorure de fer (III) à 5 %.

- ❖ *Schématiser les deux tubes obtenus.*
- ❖ *Commenter ses observations.*

2°. Par une méthode physique :

Mesure du point de fusion de l'acide acétylsalicylique.

- Avec un tube de Thiele.



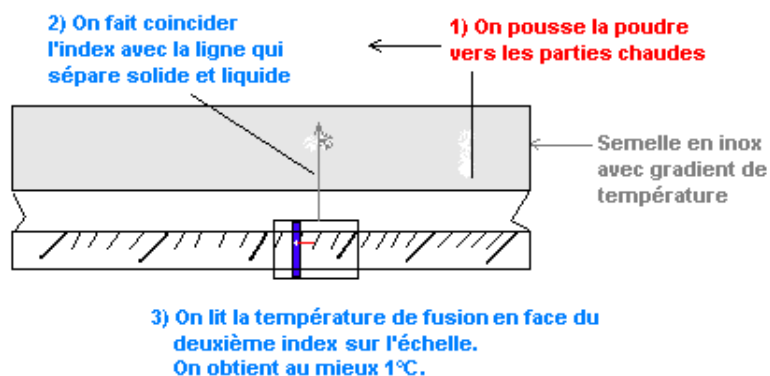
A l'aide de la flamme d'un bec Bunsen, on porte l'huile à une température inférieure d'environ 30°C à la température de fusion de la poudre.

Puis à l'aide de la veilleuse on fait monter la température de l'huile d'environ 1°C toutes les 15 secondes.

Au moment précis où la poudre fond (on voit le contenu du capillaire devenir transparent), on lit la température sur la graduation du thermomètre.

La précision du résultat obtenu dépend du thermomètre; on peut obtenir le dixième de degré.

- Avec un banc de Köfler.



3°. Par réalisation d'une Chromatographie sur Couche Mince :

- Matériel : cuve à chromatographie, plaque de CCM sensible aux UV.
- Eluant : mélange d'acétate de butyle, de cyclohexane et d'acide formique.
- Echantillons dissous dans de l'acétate de butyle :
 - A = acide salicylique
 - B = acide acétylsalicylique préparée
 - C = acide acétylsalicylique du commerce