

TP n°16 : Synthèse de l'aspirine.

Vous devez d'abord mettre en route la synthèse de l'aspirine (voir protocole dans le II), vous reprendrez ensuite à partir du I pendant les 20 minutes de chauffage.

Objectifs :

- Réaliser la synthèse d'un médicament, ici l'aspirine. - Déterminer un rendement.
- Filtrer sur Büchner.
- Utiliser un banc Kofler

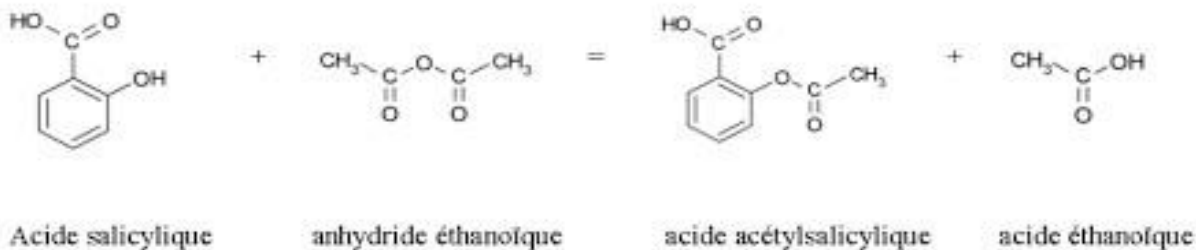
I- Le médicament aspirine.

L'acide salicylique et l'acide acétylsalicylique.

L'aspirine est le nom commercial de l'acide acétylsalicylique. L'aspirine est synthétisée par estérification entre l'anhydride éthanoïque et l'acide salicylique. L'anhydride éthanoïque est un composé qui régit immédiatement au contact de l'eau.



- 1- Identifier et nommer les groupes caractéristiques de ces deux molécules.
- 2- La réaction de synthèse de l'aspirine est la suivante, elle est pratiquement totale.

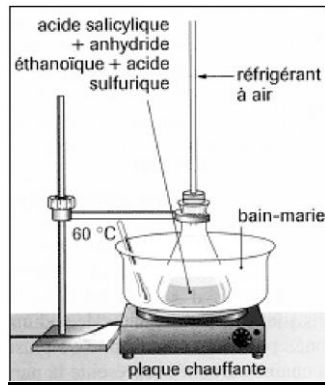


Ecrire les formules topologiques et brutes de l'anhydride éthanoïque et de l'acide éthanoïque

II- Mode opératoire.

1- Synthèse.

- Mettre des gants et des lunettes de protection.
- Préparer un bain marie à 70°C avec la plaque chauffante, un récipient et un thermomètre. La température ne devra pas dépasser 70 °C (thermostat 6 ou 7)
- Introduire dans un erlenmeyer 3,5 g d'acide salicylique en poudre. (Déjà pesé sous la hotte)
- Ajouter 8,0 mL d'anhydride éthanoïque qui est déjà préparé dans un tube à essais sous la hotte (gants et lunettes).
- Ajouter 2 gouttes d'acide sulfurique concentré avec un compte-goutte (gants et lunettes). Y mettre le barreau aimanté pour l'agitation.
- 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 avec l'agitateur magnétique.



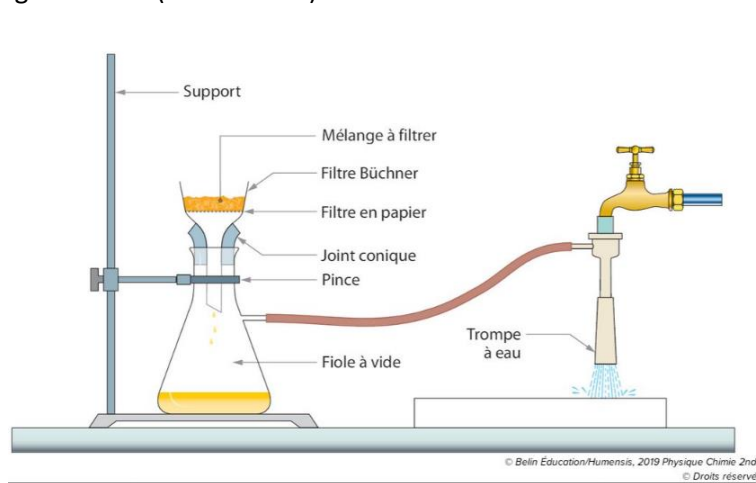
- Pourquoi chauffe-t-on ? Quel est d'après vous le rôle de l'acide sulfurique ? (Justifier votre réponse)
- Calculer la quantité initiale d'acide salicylique, n_{as} .
- Calculer la quantité initiale d'anhydride éthanoïque, n_{ae} .
- Calculer la masse d'aspirine m_{max} théorique maximale que l'on pourrait obtenir.

2- Cristallisation de l'aspirine.

Retirer l'erenmeyer du bain-marie d'eau chaude.

Refroidir l'erenmeyer sous l'eau du robinet puis ajouter progressivement, par petites quantités, environ 70 mL d'eau distillée froide. On observe la cristallisation 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 les cristaux obtenus sur montage Buchner (voir schéma) et les rincer à l'eau distillée froide.



Quel réactif élimine-t-on quand on ajoute de l'eau froide au mélange réactionnel ? Pourquoi faut-il rincer les cristaux d'aspirine à l'eau froide ? (Et pas avec de l'eau tiède ou chaude)

3- Purification par recristallisation. (à lire seulement)

Replacer les cristaux dans l'erenmeyer et ajouter doucement 5 mL d'éthanol en chauffant modérément (Ajouter si nécessaire quelques mL d'eau distillée). Le chauffage est arrêté lorsque les cristaux sont redissous.

Replacer l'erenmeyer dans un bain d'eau fraîche jusqu'à l'observation des cristaux. - Filtrer à nouveau cette solution sur Buchner.

Sécher les cristaux entre deux morceaux de papier filtre et les placer à l'étuve (80°C) pendant 10 mn. Peser l'aspirine obtenue.

- Expliquer pourquoi la recristallisation est une technique de purification.
- Calculer le rendement de votre synthèse.

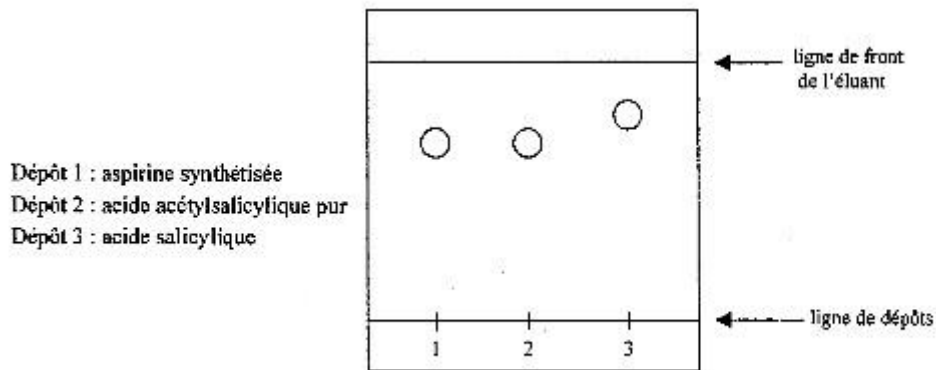
III-Identification de l'aspirine.

1) Avec un banc Kofler.

Lorsqu'un produit solide est pur, sa température de fusion est constante et connue. Dans le cas de l'aspirine elle est de l'ordre de 135°C . Rédiger comment faire pour vérifier que vous avez bien obtenu de l'aspirine avec le banc Kofler qui sur la paillasse du professeur. Faire ensuite la manipulation et conclure

2) Avec une chromatographie (à lire seulement)

On peut réaliser une chromatographie sur couche mince de silice avec un éluant convenable pour identifier le produit obtenu. On obtient le chromatogramme suivant :



Calculer le rapport frontal de l'acide acétylsalicylique. L'aspirine synthétisée par les élèves est-elle pure ? (Justifier votre réponse).

Données

	Anhydride éthanoïque	Acide salicylique	Aspirine	Acide sulfurique concentré
Formule				H_2SO_4
Nature	Liquide incolore	Solide blanc	Solide blanc	Liquide incolore
Masse molaire	102 g.mol^{-1}	138 g.mol^{-1}	180 g.mol^{-1}	$98,0 \text{ g.mol}^{-1}$
Masse volumique	$1,04 \text{ g.mL}^{-1}$	-	$1,05 \text{ g.mL}^{-1}$	$1,3 \text{ g.mL}^{-1}$
Solubilité	Totale	Dans l'eau : $2,24 \text{ g.L}^{-1}$ à 25°C Dans l'anhydride éthanoïque : très soluble	Dans l'eau : 10 g.L^{-1} à 37°C $2,5 \text{ .L}^{-1}$ à 25°C Dans l'anhydride éthanoïque : très soluble	Infinie
Rapport frontal	-	0,33	0,28	-
Sécurité	 Corrosif, inflammable	 Irritant, Toxique	 Irritant, Toxique	 Corrosif