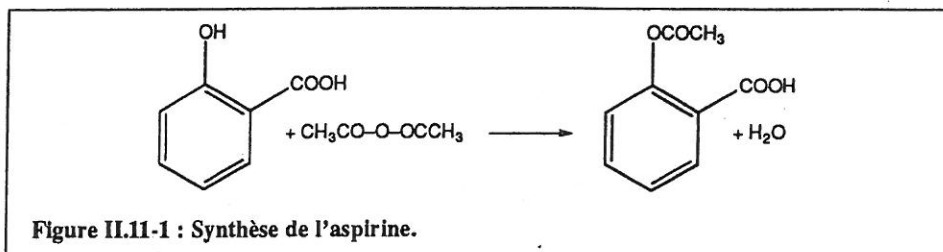


II.11 Synthèse de l'aspirine



Temps de manipulation : 1 h 15

Matériel :

- 1 ballon bicol rodé 250 mL
- 1 réfrigérant à eau
- 1 bain-marie
- 1 élévateur
- 1 éprouvette 50 mL
- 1 filtre büchner ($\varnothing = 5$ cm)
- 1 fiole à vide 250 mL
- 1 thermomètre
- 1 entonnoir ($\varnothing = 5$ cm)
- 1 pipette jaugée 10 mL
- 2 pipettes Pasteur + poire
- 2 agitateurs magnétiques chauffants + barreaux aimantés
- 1 erlenmeyer 50 mL
- 1 bécher 100 mL
- 1 verre de montre

Produits

- acide salicylique (3,0 g)
- anhydride éthanóïque Δ
- éthanol à 95 %
- acide sulfurique Δ
- eau permutée glacée
- acétate d'éthyle
- cyclohexane Δ
- acide méthanoïque Δ
- 1 plaque CCM de silice

II.11.1 Objectifs

Synthétiser l'acide acétylsalicylique, ou aspirine, puis éventuellement le doser (cf. § VI.3). L'aspirine est le produit d'une estérification entre l'anhydride éthanóïque et l'acide salicylique (jouant le rôle d'alcool). Son étude est réalisée en classe de terminale S.

II.11.2 Manipulation

II.11.2.1 SYNTHÈSE DE L'ASPIRINE²³

Réaliser un montage à reflux classique avec un bain-marie. Introduire alors dans le bicol 3,0 g d'acide salicylique + 6,0 mL d'anhydride éthanóïque Δ (L+G) + 4 gouttes d'acide

²³ Chimie Terminale S, Hachette Éducation, coll. Durupthy (prog. 1994).

sulfurique concentré^Δ (L+G). Chauffer à reflux (60 °C) au bain-marie pendant 10 min (rendement 39 %).

II.11.2.2 EXTRACTION DE L'ASPIRINE

Retirer le ballon du bain-marie. Ajouter 30 mL d'eau et laisser sous agitation jusqu'à l'apparition des premiers cristaux. Ajouter alors 30 mL d'eau glacée et placer le ballon dans un mélange eau-glace pendant 10 min. Essorer le solide sur bûchner en rinçant les cristaux à l'eau glacée.

II.11.2.3 RECRISTALLISATION DE L'ASPIRINE²⁴

Dans un erlenmeyer de 50 mL, mélanger les cristaux d'aspirine dans 10 mL d'un mélange eau/acide éthanoïque (50/50). Chauffer le mélange sur une plaque jusqu'à la disparition des cristaux. Ajouter 15 mL d'eau permutée. Laisser refroidir la solution à l'air (5 min) puis dans un bain eau-glace (5 min). Essorer le solide sur bûchner en le rinçant à l'eau glacée. Mettre les cristaux à l'étuve (rendement 22 %).

On pourra caractériser le produit en prenant la température de fusion.

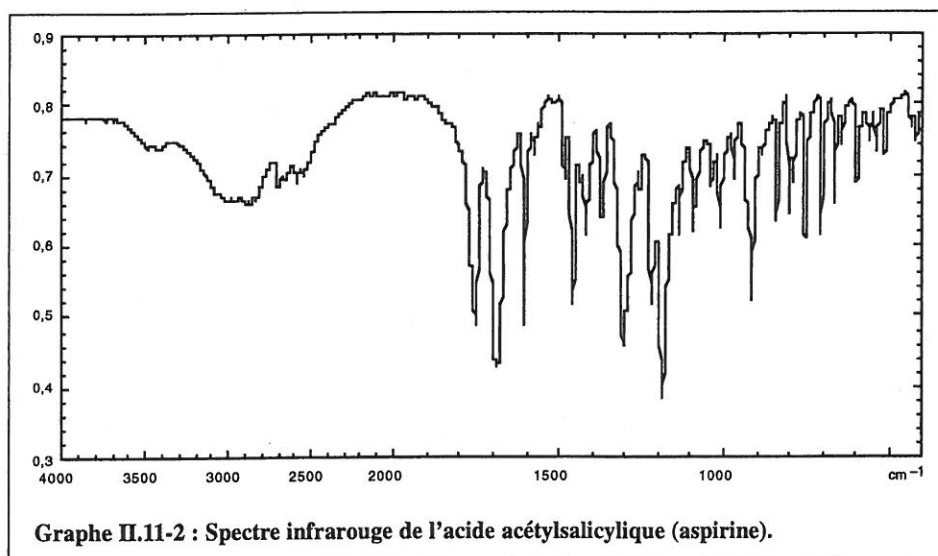
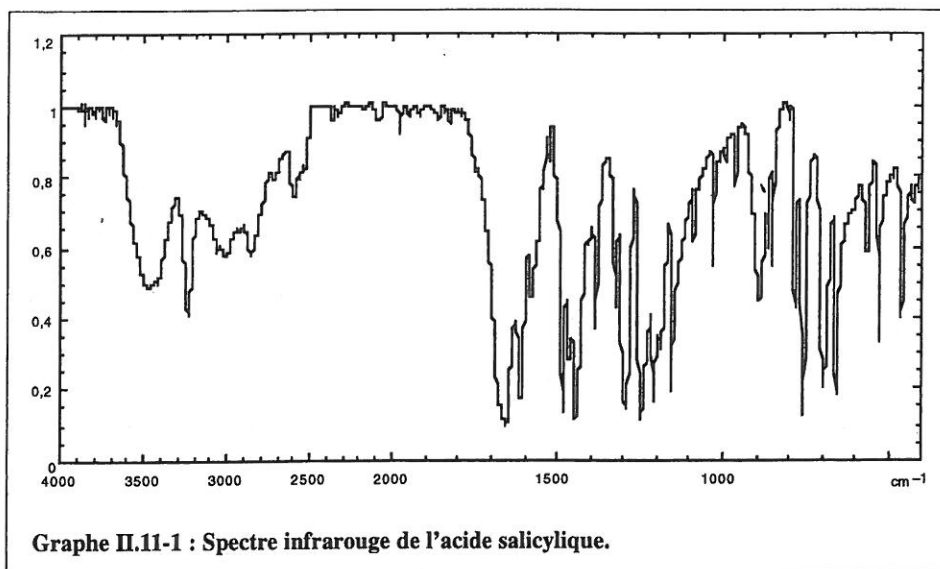
II.11.2.4 IDENTIFICATION DE L'ASPIRINE SUR CCM

Dans un bécher de 100 mL, introduire 6 mL d'acétate d'éthyle, 4 mL de cyclohexane (attention ! produit inflammable) et 1 mL d'acide méthanoïque. Recouvrir le bécher avec un verre de montre (saturation de l'atmosphère en solvant). Sur une plaque de silice (2,5 x 5,0 cm), déposer en A l'aspirine synthétisée solubilisée dans 1 mL d'acétate d'éthyle, en B une solution d'aspirine pure dans l'acétate d'éthyle, en C une goutte d'acide acétylsalicylique dans l'acétate d'éthyle (les points A, B et C doivent être éloignés de 1 cm les uns des autres et de 1,5 cm de la bordure). Placer la plaque dans le bécher (les dépôts doivent être au-dessus du niveau du solvant). Lorsque le solvant a migré jusqu'à 0,5 cm du bord haut, retirer la plaque et la placer sous une lampe à UV : entourer les taches d'un trait fin au crayon.

II.11.3 Discussion

L'aspirine, couramment utilisée comme antidouleur, antifièvre, anti-inflammatoire, est parfois mal supportée par l'estomac du fait de son acidité (ulcère). Les laboratoires pharmaceutiques ont donc transformé l'aspirine en sa base conjuguée (l'ion acétylsalicylate) à l'aide d'une solution tampon, mieux supportée par l'estomac (par exemple, Aspégic®). Cette forme offre aussi l'avantage d'être plus facile à dissoudre dans l'eau (forme buvable). L'aspirine est un anticoagulant important : elle ne doit pas être absorbée par des personnes souffrant d'hémophilie.

²⁴ Chimie organique expérimentale, Blanchard, Hermann.



II.11.4 Données relatives à l'expérience²⁵

Produit	M (g.mol ⁻¹)	T _{eb} (°C, 1 bar)	T _{fus} (°C, 1 bar)	ε _r / μ (D)	d (20 °C)
Acide salicylique	138,1	sub	158	—	1,44
Anhydride éthanoïque	102,1	140	—	—	1,08
Aspirine	164,1	—	135	—	—
Éthanol	46,1	78,5	—	24,3 / 1,70	0,79
Acétate d'éthyle	88,1	77,1	—	—	0,9
Cyclohexane	84,2	80,7	—	—	0,78
Acide méthanoïque	46	101	—	— / 1,41	1,22
Eau	18	100	0	80,4 / 1,86	1,00

²⁵ *Tables de chimie*, Tonneau, De Boeck.