

Synthèse de l'aspirine (2)

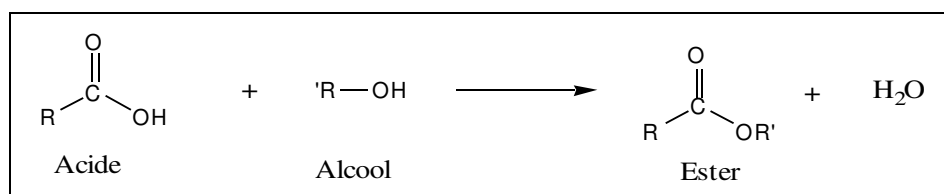


L'aspirine est l'un des plus vieux médicaments, à l'origine il était tiré de l'écorce du saule. Maintenant on le synthétise facilement.

But de la manipulation: Synthèse et purification d'un composé organique, calcul du rendement et caractérisation du produit (point de fusion, solubilité).

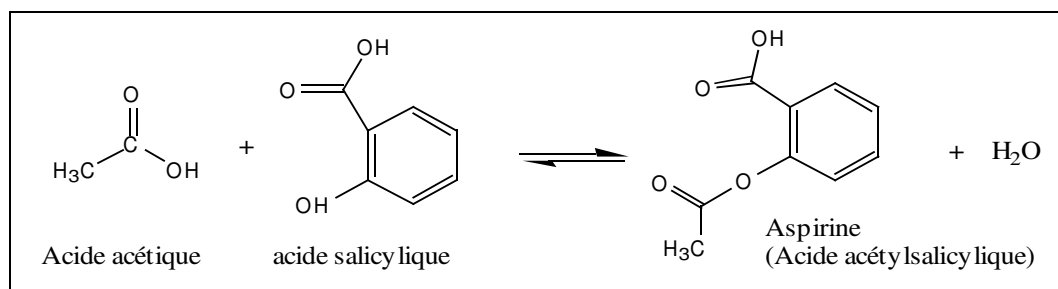
Introduction

Il s'agit d'une synthèse simple et classique de chimie organique (chimie du carbone) dont les réactifs sont un acide et un alcool et les produits un ester et de l'eau:

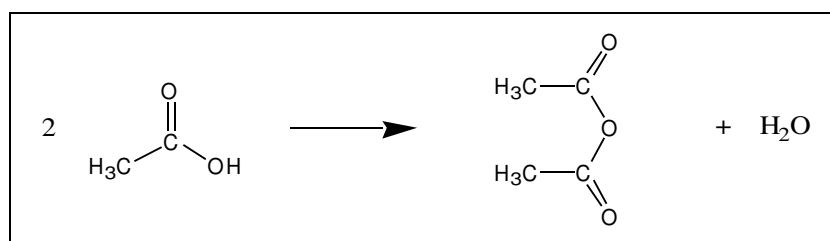


R et R' sont des fragments organiques tels que CH_3 – ou CH_3CH_2 – ou C_6H_5 – etc...

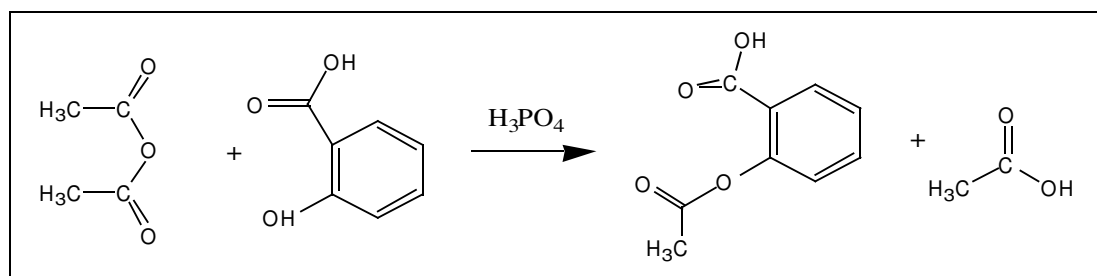
L'aspirine est un ester acide formé de cette manière par réaction entre le groupe alcoolique (OH) de l'acide salicylique et l'acide acétique:



Dans l'expérience à réaliser, on utilise une méthode un peu différente mais donnant de meilleurs rendements. On remplace l'acide acétique par de l'anhydride acétique. L'anhydride acétique résulte de la combinaison de deux molécules d'acide acétique avec élimination d'une molécule d'eau:



On utilise un catalyseur, généralement H_2SO_4 ou H_3PO_4 pour accélérer la réaction:



L'acide acétique produit par la réaction peut réagir à son tour avec l'acide salicylique. Etablissez le bilan des deux réactions

Mode opératoire:

Synthèse

Peser exactement une quantité comprise entre 3 et 4 gr. d'acide salicylique dans un petit erlenmeyer (100 ml). Ajouter 7,5 ml d'anhydride acétique, prélevés à l'aide d'un cylindre gradué, de façon à ce que tout l'acide salicylique soit mouillé. Ajouter 7 gouttes d'acide phosphorique concentré.

Chauffer le tout au bain-marie (température 75°C) pendant 15 minutes en agitant de temps en temps avec une baguette de verre, puis ajouter précautionneusement (goutte à goutte avec une pipette) 3 ml d'eau pour décomposer l'anhydride en excès (dégagement de vapeurs d'acide acétique). Lorsque le dégagement est fini, sortir l'erlenmeyer du bain-marie et ajouter 30 ml d'eau. Laisser refroidir à l'air (début de précipitation de l'aspirine) puis dans un bain d'eau glacée pour achever la précipitation. Si les cristaux tardent à se former, frotter l'intérieur du récipient avec une baguette de verre.

Filtrer sur Büchner (aspiration). Arrêter la succion et laver avec 8 ml d'eau déminéralisée glacée, remettre l'aspiration après 15 secondes. Répéter une fois cette opération de lavage afin d'éliminer la plus grande partie des impuretés. Laisser l'aspiration pendant quelques minutes et presser avec un bouchon pour faciliter le séchage. Transférer sur un papier filtre sec. Laisser sécher pendant la mise au net des notes. Peser le solide.

Recristallisation

Pour obtenir un échantillon "pur", il est nécessaire de recristalliser le produit:

Dissoudre le produit dans 10 ml d'alcool chaud et verser la solution dans 25 ml d'eau chaude: en cas de précipitation à ce moment, chauffer la solution jusqu'à dissolution complète. Laisser la solution refroidir: formation de beaux cristaux en forme d'aiguilles, Filtrer (presser le précipité à l'aide d'un bouchon, en laissant la succion pour favoriser le séchage). Transférer l'aspirine dans un bécher sec, étiqueté et taré. Déposer le bécher dans un dessiccateur ou le séchage sera poursuivi sous vide en présence de gel de silice (produit absorbant l'humidité).

Tester la solubilité dans le toluène, l'acétate d'éthyle et l'acétone.

PF (point de fusion) = **PD** (point de décomposition) = 128-135 °C

La quantité obtenue devrait être environ de 4.5 g

Indiquer le PD et le rendement obtenu.

REMETTRE LE PRODUIT AU MAITRE:

Des traces d'impuretés interdisent sa consommation (même si la manipulation a provoqué une forte migraine!).