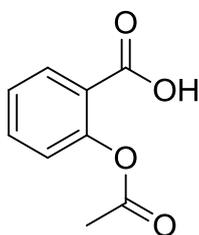


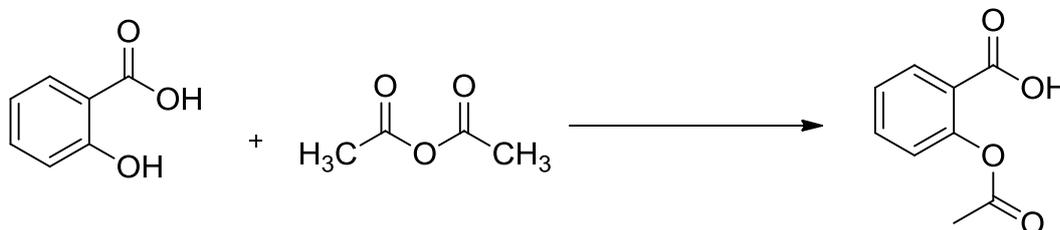
TP N° 1 : Synthèse de l'aspirine

1. INTRODUCTION

L'acide acétylsalicylique, de formule $\text{COOH-C}_6\text{H}_4\text{-O-CO-CH}_3$, l'aspirine est un analgésique et un antipyrétique remarquable. En effet, grippe, rhume, fièvre, migraine, douleurs diverses sont les maux que depuis presque 100 ans elle permet de soulager. Ce médicament, déjà ancien, reste le plus vendu dans le monde.



Elle est préparée industriellement par une réaction entre l'anhydride de l'acide acétique et l'acide salicylique :



2. NAISSANCE DE L'ASPIRINE :

- En 1838, PIRA prépare à partir de la salicine l'acide salicylique, plus efficace que la salicine.
- En 1853, GERHARDT, chimiste français, synthétise à partir de l'acide salicylique l'acide acétylsalicylique.
- En 1897, HOFFMAN, chimiste allemand, invente un procédé de synthèse et synthétise de l'acide acétylsalicylique : c'est la naissance de l'Aspirine, mise sur le marché le 1er février 1899.

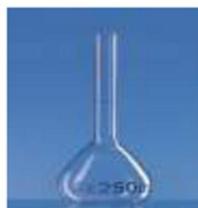
3. But

- Réaliser une étape de la synthèse de l'aspirine.
- Purifier le produit obtenu par recristallisation et l'identifier.
- Calculer le rendement de la réaction.

4. Matériel

Matériel et produit

Matériel	Produit chimique
<ul style="list-style-type: none">- Spatule- Papier filtre.- Fiole.- Balance.- Entonnoir.- Réfrigérant- Agitateur magnétique chauffant- Barreau aimanté (pour l'agitation)- Büchner- Erlenmeyer de 100ml	<ul style="list-style-type: none">- Acide salicylique.- Anhydride acétique.- Acide sulfurique.- Eau distillée glacé.

*Spatule**Papier filtre**Fiole**barreau magnétique**Balance**entonnoir**Agitateur**erlenmeyer*

5. Mode opératoire

Mettre de l'eau dans le cristalliseur et chauffer modérément pour **maintenir l'eau à une température comprise entre 50°C et 60°C tout au long de l'expérience**. Vérifier la température du bain-marie en continu avec le thermomètre électronique, prévoir un récipient contenant de l'eau froide à ajouter dans le cristalliseur si la température y est trop élevée.

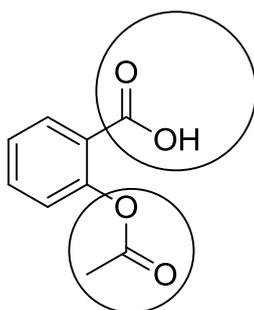
- Dans un erlenmeyer **bien sec** introduire un barreau aimanté.
- Ajouter ensuite 3,0 g d'acide salicylique. Boucher l'erlenmeyer.
- Sous la hotte, **introduire doucement et avec précaution** dans l'erlenmeyer, 6 mL d'anhydride acétique mesurés avec une éprouvette graduée.
- Ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique concentré (présence nécessaire pour accélérer la transformation). Boucher l'erlenmeyer.
- Placer l'erlenmeyer dans le bain marie et le surmonter aussitôt du réfrigérant à eau puis faire circuler l'eau.
- Maintenir le bain marie entre 50°C et 60°C avec l'agitation magnétique pendant 10 minutes environ.

Au bout des 10 minutes environ, arrêter le chauffage en retirant le cristalliseur. Ne pas arrêter la circulation d'eau froide dans le réfrigérant.

- Verser immédiatement et par petites quantités, par le sommet du réfrigérant, environ 30 mL d'eau distillée, afin de détruire l'excès d'anhydride éthanoïque par hydrolyse.
- Démonter le réfrigérant, arrêter la circulation d'eau. Retirer l'erenmeyer du montage et le boucher.
- Refroidir le mélange en plaçant l'erenmeyer dans un bain d'eau glacée. Ajouter 30 mL d'eau distillée glacée et agiter.
- Filtrer sur Büchner le contenu de l'erenmeyer.
- Rincer l'erenmeyer à l'eau distillée froide et verser cette eau sur le Büchner afin d'entraîner tout le produit.
- Récupérer la poudre dans une coupelle, préalablement pesée. Peser les cristaux obtenus.

Questions

- Pourquoi doit-on utiliser de la verrerie sèche?
- Quel est le rôle de l'acide sulfurique?
- Sur le schéma ci-dessous de la molécule d'acide acétylsalicylique, nommer le groupe caractéristique entouré.



- Pourquoi a-t-on préféré l'anhydride éthanoïque à l'acide éthanoïque pour cette synthèse ?
- Au vu de la réaction, pourquoi l'hydrolyse de l'acide acétylsalicylique ne peut-elle avoir lieu.
- Quelle est la principale impureté éliminée par filtration.

Après la filtration, pourquoi faut-il laver les cristaux à l'eau ? Pourquoi avec un minimum d'eau et pourquoi de l'eau glacée ?