

Protocole de synthèse de l'aspirine

Une version plus traditionnelle

11 juin 2022

Note : Le protocole qui suit est un protocole habituellement mis en œuvre pour synthétiser l'aspirine, il requiert un chauffage du mélange réactionnel. Attention à ne pas exagérer le chauffage sous peine de synthétiser un mauvais produit. Vous trouverez sur la physiclopedie un protocole de synthèse de l'aspirine à froid qui est moins risqué à cet égard.

1 Synthèse

Faire les manipulations suivantes sous la hotte (produits corrosifs).

Dans un ballon de 250mL, introduire 5,00 g d'acide salicylique, 10 mL d'anhydride éthanoïque, un peu d'acide sulfurique concentré (catalyseur), et quelques grains de pierre ponce.

Faire un montage de chauffage à reflux sur le ballon, en y adaptant un réfrigérant à eau. Faire chauffer le ballon à 60°C pendant 10 minutes sous agitation (attention à **ne pas excéder cette température.**)

Puis, couper le chauffage et retirer le chauffe-ballon (en abaissant son support élévateur : on doit pouvoir garder l'agitation dans le ballon). Verser tout-de-suite dans le ballon, via le réfrigérant, environ 30 mL d'eau distillée froide (ne pas verser l'eau brusquement pour autant).

Retirer le réfrigérant à eau. Continuer à agiter jusqu'au début de la cristallisation dans le mélange. A ce moment, ajouter 30mL d'eau distillée glacée puis placer le ballon dans un bain eau-glace pendant 10 minutes.

Retirer la pierre ponce et faire sécher sommairement les cristaux récupérés dans le ballon entre deux feuilles de papier filtre.

Tarer un verre de montre, puis placer les cristaux dedans. Placer le tout dans une étuve à 80°C pendant quelques minutes. Quand les cristaux sont secs, les peser.

2 Identification et contrôles

On fait une chromatographie sur couche mince pour identifier le produit formé.

L'éluant est constitué de 6 volumes d'acétate de butyle, 4 volumes de cyclohexane et 1 volume d'acide méthanoïque.

Placer environ 10mL de cet éluant dans un bécher qu'on fermera avec un verre de montre (on peut utiliser un pot à confiture avec couvercle).

Placer environ 1mL d'éluant dans trois piluliers. Dans l'un d'eux, mettre l'aspirine synthétisée, dans le second, mettre de l'aspirine commerciale, et dans le troisième, mettre de l'acide salicylique.

Faire les dépôts du contenu de chacun des tubes sur la plaque CCM (sur une ligne de dépôt tracée à environ 1cm du bord inférieur) et placer la plaque dans le bécher pour faire monter l'éluant par capillarité.

Quand l'éluant est monté à environ 1cm sous bord supérieur, sortir la plaque pour arrêter la montée et repérer le front du solvant.

Révéler les taches sur la plaque au moyen d'une lampe à UV.

Références

Protocole grandement inspiré d'un TP extrait du livre de TermS (ancien programme), Hachette, éd 2002, collection Durupthy p 305.