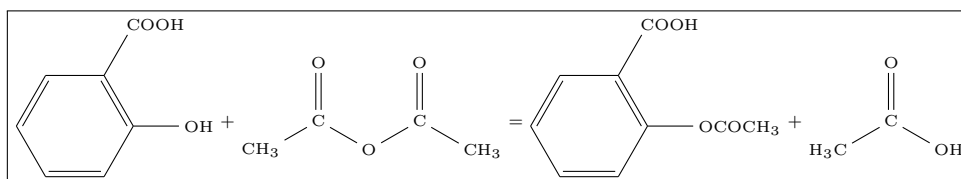


Protocole de synthèse de l'aspirine

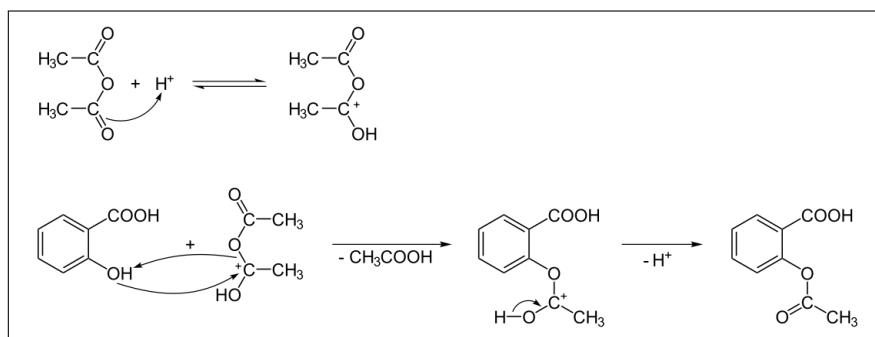
29 avril 2022

Ce document présente un protocole de synthèse de l'aspirine, à partir d'acide salicylique et d'anhydride éthanoïque.

Le protocole en question propose de réaliser cette synthèse à *froid* (autrement dit à température ambiante, sans chauffe-ballon).



Mécanisme de cette réaction :



Matériel nécessaire.

Outils et verrerie

- Agitateur magnétique et olive aimantée
- Filtre Büchner, fiole et pompe à vide, papier filtre
- Ballon monocol de 50 ou 100mL

- Pipette graduée 10mL
- Pipettes Pasteur, plaque de gel de silice pour CCM

Réactifs et substances

- Acide salicylique
- Anhydride éthanoïque
- Acide sulfurique concentré (pour catalyse)
- Eau permutée
- glace (pour refroidissement)
- Acétate d'éthyle, cyclohexane, acide méthanoïque (pour l'éluant)

1 Protocole de synthèse

Dans un ballon, placer 3,0g d'acide salicylique (21,7 mmol) et 6,0mL d'anhydride éthanoïque (63,5 mmol), puis de l'acide sulfurique concentré (une dizaine voire une quinzaine de gouttes). On observe la dissolution de l'acide salicylique dans l'anhydride éthanoïque. Peu de temps après on constate la précipitation de l'aspirine. Le tout ne prend que quelques minutes (environ 5 minutes).

On ajoute ensuite de l'eau permutée au mélange : le but est d'hydrolyser l'anhydride éthanoïque restant dans le mélange. Une dizaine de mL peut suffire.

On refroidit ensuite le ballon dans un mélange eau-glace pendant 15min.

Le solide est alors séparé par filtration sur Büchner. On peut le laver à l'eau distillée.

2 Purification

Placer le solide à purifier dans un ballon muni de son olive aimantée. On recouvre le solide avec le minimum d'eau distillée, puis, après avoir équipé le ballon d'un réfrigérant, on chauffe. On rajoute éventuellement de l'eau distillée jusqu'à dissolution complète.

Une fois la dissolution complète atteinte, on coupe le chauffage (on peut verser le contenu du ballon dans un bécher). On attend ensuite le retour à la température ambiante (sans refroidir artificiellement le mélange si possible). L'aspirine recristallise et sa pureté a augmenté.

Remarque : dans le cadre d'une synthèse à froid cette étape de recristallisation ne paraît pas indispensable.

3 Caractérisation et contrôles

3.1 Par CCM

Dans un grand bécher avec couvercle, préparer l'éluant : 6mL d'acétate d'éthyle, 4mL de cyclohexane, 1mL d'acide méthanoïque. On effectuera trois dépôts sur la plaque :

- Aspirine synthétisée solubilisée dans 1mL d'acétate d'éthyle.
- Aspirine pure solubilisée dans l'acétate d'éthyle.
- Acide salicylique solubilisé dans l'acétate d'éthyle.

Les tâches seront révélées par une lampe UV.

3.2 Mesure du point de fusion

On s'attend à obtenir, sur le banc Kofler, un point de fusion de 135°C. A comparer avec celui de l'acide salicylique, qui est de 159°C.

Remarques

L'idée derrière cette synthèse à froid, par opposition à la plupart des protocoles qui demandent un chauffage, est de remplacer l'action de la chaleur par celle du catalyseur que l'on met en grande quantité. On évite ainsi certains écueils des protocoles habituels dûs au chauffage : en effet, un chauffage excessif au-delà des 60°C aboutit à la synthèse d'une huile au lieu de l'aspirine recherchée.

Bibliographie.

Le protocole est inspiré de celui disponible dans la référence suivante :

Daumarie, F. *et al.* (2014). *Florilège de Chimie pratique : 59 Expériences commentées*. Hermann.

Cette version à froid a été indiquée par les professeurs de l'université de Strasbourg. Je les remercie pour leurs précieux conseils.