

SYNTHESE de l'aspirine

La réaction entre l'acide salicylique et l'anhydride éthanoïque conduit à l'aspirine (acide acétylsalicylique).

MODE OPERATOIRE
1ère étape : estérification de la fonction alcool

- Dans un erlenmeyer, introduire 5 g d'acide salicylique, 7 mL d'anhydride éthanoïque et environ 5 gouttes d'acide sulfurique concentré. Opérer avec gants et lunettes sous la hotte.
- Chauffer doucement à reflux au bain-marie avec agitateur magnétique pendant 5 min à partir de l'ébullition.

2ème étape : séparation de l'aspirine

- Arrêter le chauffage. Verser lentement par le sommet du réfrigérant 10 mL d'eau distillée.
- Quand l'ébullition est calmée, séparer l'erlenmeyer du réfrigérant et rajouter de nouveau 50 mL d'eau distillée.
- Agiter jusqu'à cristallisation commençante de l'aspirine, puis rajouter 50 ml d'eau glacée et agiter en plaçant l'erlenmeyer dans la glace.
- Filtrer sur Büchner le contenu de l'erlenmeyer. Rincer l'erlenmeyer à l'eau froide et verser cette eau sur le Büchner afin d'entraîner tout le produit.
- Arrêter l'aspiration, laver les cristaux à l'eau, remettre l'aspiration pour essorer les cristaux.
- Introduire avec une spatule l'aspirine impure dans un becher de 250 mL

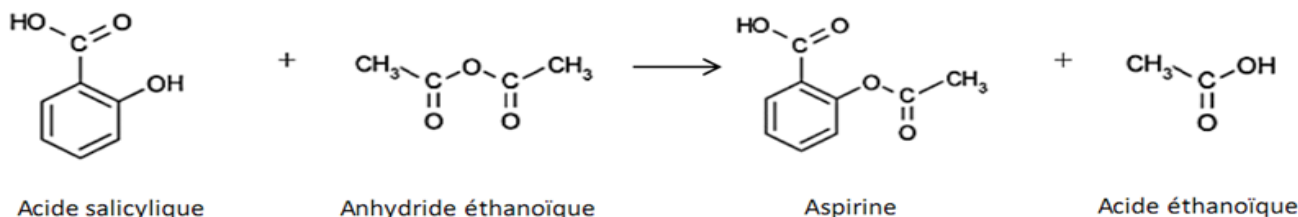
3ème étape : purification de l'aspirine

- Ajouter progressivement avec précaution 70 mL de solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium. Faire régulièrement au cours de l'addition un test au papier pH jusqu'à l'obtention d'un pH basique.
- Arrêter alors l'addition et agiter jusqu'à disparition totale des cristaux.
- Filtrer ensuite pour retenir les impuretés.
- Ajouter avec précaution, de l'acide chlorhydrique à 5 mol/L jusqu'à l'obtention d'un pH de l'ordre de 1.
- Refroidir ensuite dans la glace jusqu'à cristallisation complète.
- Filtrer ensuite sur Büchner en lavant plusieurs fois à l'eau glacée. Sécher entre 2 feuilles de papier filtre

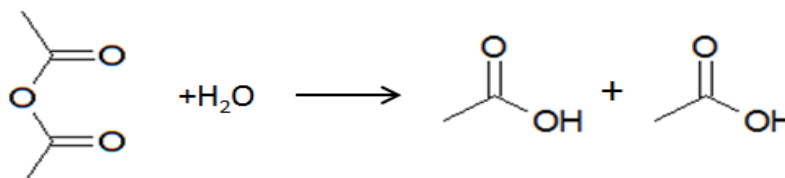
4ème étape mesure de la masse d'aspirine obtenue

- Peser une coupelle vide, y déposer l'aspirine.
- Chauffer jusqu'à séchage complet de l'aspirine. Peser la coupelle pleine puis en déduire la masse d'aspirine obtenue.

Nom	Acide salicylique	Acide acétylsalicylique	Anhydride éthanoïque
Formule			
Masse molaire (g.mol ⁻¹)	138	180	102
Masse volumique (g.mL ⁻¹)			1,08
Solubilité dans l'eau	Eau froide : peu soluble Eau chaude : soluble	Eau froide : peu soluble Eau chaude : soluble	Soluble S'hydrolyse facilement
Pictogrammes			

Synthèse de l'aspirine


L'anhydride acétique s'hydrolyse au contact de l'eau en donnant l'acide acétique ; cette réaction, lente à froid, est assez violente à chaud ; de plus, elle devient explosive en présence de certains catalyseurs (acides, par exemple).



QUESTIONS

1- Première étape

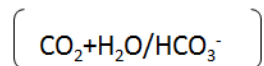
- Pourquoi doit-on opérer sous la hotte avec gants et lunettes. A quoi sert l'acide sulfurique ?
- Faire le schéma du montage et justifier le montage à reflux et l'agitateur magnétique.

2- Deuxième étape

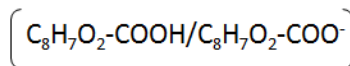
- Pourquoi faut-il verser avec précaution de l'eau par le sommet du réfrigérant ? Que cela permet-il d'éliminer ?
- Pourquoi met-on ensuite de l'eau glacée ?
- A quoi sert la filtration sur Büchner ? Pourquoi lave-t-on les cristaux ?

3- Troisième étape

Couple acide/base de l'ion hydrogencarbonate



Couple acide/base de l'aspirine



La forme basique s'appelle l'ion acétylsalicylate et est très soluble dans l'eau

- Ecrire l'équation-bilan de la réaction de l'ion hydrogencarbonate avec l'aspirine.
- Qu'obtient-on et pourquoi a-t-on fait cette réaction ?
- Quand on filtre ensuite, récupèrera-t-on la phase liquide ou ce qui est retenu par le filtre ?
- Pourquoi ensuite est-il essentiel de faire baisser le pH par l'ajout d'acide chlorhydrique et qu'obtient-on ?
- A quoi ont donc servi toutes ces opérations ?

4- Identification

- Rappeler une méthode déjà rencontrée permettant de vérifier que l'aspirine obtenue est pure et exempte d'acide salicylique pouvant éventuellement subsister.
- Montrer que sachant que la réaction est théoriquement totale et connaissant les quantités de réactifs, on pouvait prévoir l'absence d'acide salicylique en fin de réaction.

5- Rendement

- On obtient après pesée 4.25g d'aspirine. Calculer le rendement de cette synthèse. Pourquoi n'obtient-on pas 100% ?
- Quels sont les groupes caractéristiques présents sur la molécule d'aspirine ?

INTERPRETATION MACROSCOPIQUE DE LA SYNTHÈSE PRÉCÉDENTE

- Cette réaction de synthèse peut-elle être considérée comme une réaction d'addition, d'élimination ou de substitution ?

INTERPRETATION MICROSCOPIQUE DE LA SYNTHÈSE PRÉCÉDENTE

- Attribuer aux atomes des liaisons suivantes C-O et O-H leurs charges partielles δ^+ ou δ^- en s'aidant des électronégativités (3.44 pour O ; 2.55 pour C et 2.20 pour H)
- Voici ci-dessous le mécanisme réactionnel de la synthèse de l'aspirine en présence d'acide sulfurique noté ici H-A. Justifier la présence des flèches courbes représentant les mouvements de doublets d'électrons en utilisant la question précédente et en trouvant les sites donateurs d'électrons et accepteurs d'électrons.
- Retrouve-t-on que l'acide sulfurique peut être considéré comme un catalyseur ?

