

TP SA n°7 : Comment synthétiser l'aspirine au laboratoire ?

I. L'aspirine

A l'origine de la synthèse de cette molécule, qui n'existe pas dans la nature, il y a l'acide salicylique, molécule extraite de plantes telles que le saule, la reine-des-prés (spirée) qui agissait comme *antipyrétique* et *analgésique*. L'acide salicylique est synthétisé industriellement dès 1874, c'est-à-dire avec les débuts de la chimie organique, mais en raison d'effets secondaires, on cherche à le modifier en molécule moins agressive.

C'est le chimiste allemand Felix Hoffmann, qui travaille pour l'entreprise de chimie Bayer, qui met au point la synthèse de l'aspirine ou acide acétylsalicylique ; son collègue pharmacologue Arthur Eichengrün avait quant à lui, remarqué en premier les propriétés *antalgiques* de l'aspirine. Aspirin[®] est le nom choisi par la firme Bayer et Cie.

- 1)  Rechercher la signification des mots en italiques.
- 2)  Tenter d'expliquer le nom commercial d'Aspirin[®] donné à la molécule d'acide acétylsalicylique.

Données

Anhydride éthanoïque (C₄H₆O₃)	
d = 1,08 θ _{fus} = - 73 °C sous 1,013 bar θ _{éb} = 139 °C sous 1,013 bar Solubilité dans l'eau : en toute proportion	

Acide éthanoïque (C₂H₄O₂)	
d = 1,05 θ _{fus} = 17°C (décomposition) θ _{éb} = 118 °C sous 1,013 bar Solubilité dans l'eau : en toute proportion	

Acide salicylique (C₇H₆O₃)	
d = 1,44 θ _{fus} = 159 °C sous 1,013 bar Solubilité dans l'eau : faible 1,8 g / 100 mL à 20 °C	

Aspirine (C₉H₈O₄)	
d = 1,40 θ _{fus} = 135 °C sous 1,013 bar Solubilité dans l'eau : très faible 0,25 g / 100 mL (à 15 °C)	

- 3)  A l'aide des données, justifier les états physiques de l'anhydride éthanoïque et de l'acide salicylique à température ambiante.
- 4)  Donner la signification des pictogrammes ci-dessus.
- 5)  Qu'est-ce que la solubilité d'une espèce chimique ?

II. Synthèse de l'aspirine

1) Mise en place des composés chimiques dans le ballon

-  Sous la hotte, peser avec précaution 4,0 g d'acide salicylique, les introduire dans le ballon bien sec.
-  Sous la hotte, introduire dans le ballon 6,0 mL d'anhydride éthanoïque et 3 gouttes d'acide sulfurique concentré.

 **Utiliser lunettes et gants.**

2) La transformation chimique

-  Préparer un bain marie (cristallisateur avec eau chaude) maintenu entre 50°C et 70°C.
-  Introduire dans le ballon un barreau aimanté.
-  Installer le réfrigérant sur le ballon.
-  Installer le ballon dans le bain-marie sur l'agitateur magnétique et le support élévateur.

 **Faire vérifier la stabilité du montage par le professeur.**

- ✎ Mettre en route la circulation d'eau dans le réfrigérant.
- ✎ Chauffer au bain-marie pendant une quinzaine de minutes environ.

3) Questions

- a. ✎ Schématiser et annoter le montage.
- b. ✎ Quel est le rôle du réfrigérant ?
- c. ✎ Quel est le rôle de l'acide sulfurique ?
- d. ✎ Pourquoi faut-il chauffer ?
- e. ✎ Expliquer le terme chauffage à reflux.

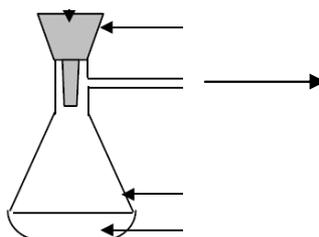
III. Cristallisation de l'acide acétylsalicylique (aspirine)

1) Manipulation

- ✎ Au bout de 15 minutes environ, enlever le bain-marie.
- ✎ En maintenant la circulation d'eau dans le réfrigérant et verser par petites quantités, par le sommet du réfrigérant, 60 mL d'eau distillée froide tout en maintenant l'agitation.
- ✎ Placer le ballon dans un bain eau-glace pendant une dizaine de minutes. **Ne pas agiter !**
- ✎ Filtrer le mélange obtenu sur büchner. Rincer l'erlenmeyer avec un peu d'eau froide. Laver les cristaux retenus sur le filtre avec un peu d'eau glacée. Essorer les cristaux.
- ✎ Récupérer les cristaux.

2) Questions

- a. ✎ Annoter le schéma ci-dessous.



- b. ✎ Quel est l'avantage de la filtration sur büchner par rapport à une filtration simple ?
- c. ✎ Quelles sont les espèces éventuellement présentes dans le filtre en fin d'expérience ?

VAL	
-----	--

IV. Conclusion

- ✎ Faire le bilan de la transformation chimique.
- ✎ Ne se forme-t-il que de l'aspirine ?

ANA	
-----	--