

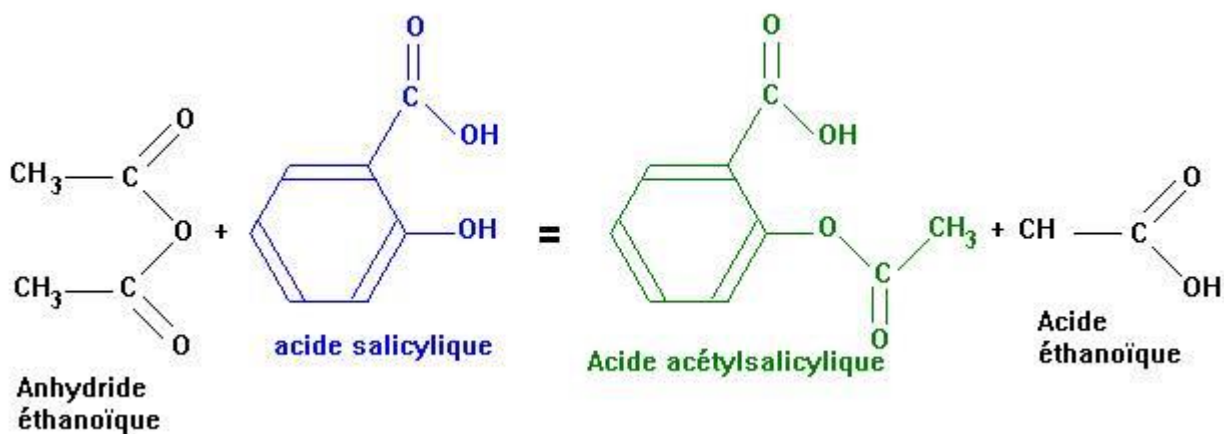


## Synthèse de l'aspirine

La synthèse de l'acide acétylsalicylique ou *aspirine* se fait en plusieurs étapes : le produit de départ est le phénol (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>OH) issu de la pétrochimie.

- Le phénol réagit avec l'hydroxyde de sodium pour donner le phénolate de sodium (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>ONa).
- Le phénolate de sodium est ensuite réduit en poudre fine puis traité par du dioxyde de carbone CO<sub>2</sub> sous pression et à température élevées pour donner du salicylate de sodium.
- Le phénol obtenu est recyclé.
- Le salicylate de sodium formé est dissous dans de l'eau puis est décoloré par passage sur du charbon actif avant d'être transformé en acide salicylique, solide, par réaction avec l'acide sulfurique.

En présence de quelques gouttes d'acide sulfurique concentré (catalyseur), on peut envisager l'obtention de l'aspirine (acide acétylsalicylique) à partir d'acide salicylique ou d'anhydride acétique (ou éthanoïque). L'équation de réaction d'acétylation est alors la suivante.



1. Donner les groupes caractéristiques de la molécule d'aspirine.
2. Quelle partie de la molécule d'acide salicylique est-elle « attaquée » par l'anhydride ?

### Protocole expérimental

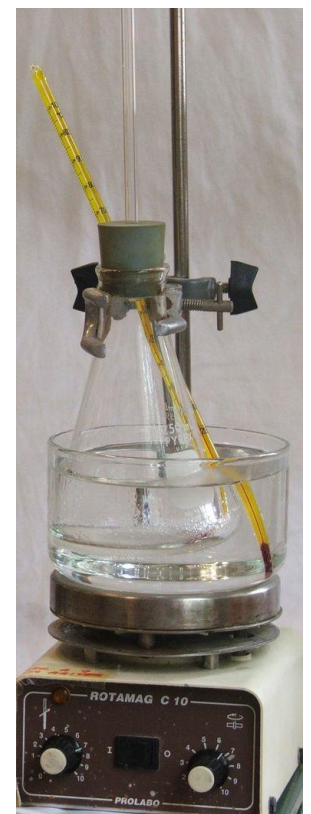
ANHYDRIDE ÉTHANOÏQUE	ACIDE SULFURIQUE	ACIDE SALICYLIQUE
 DANGER Ne pas respirer les vapeurs.	 DANGER Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves.	 DANGER Nocif en cas d'ingestion. Provoque des lésions oculaires graves.
C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>3</sub> d = 1,08	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O <sub>3</sub>

#### 1<sup>ère</sup> étape : synthèse à proprement parler

Dans un erlenmeyer, on place 2 g d'acide salicylique dans 5 mL d'anhydride acétique. On ajoute quelques gouttes d'acide sulfurique concentré et on coiffe d'un réfrigérant à air.

**Attention** : l'anhydride acétique réagit violemment avec l'eau.

L'erlenmeyer est placé sous agitation et sous chauffage doux (70°C maximum) en bain marie pendant 20 minutes.



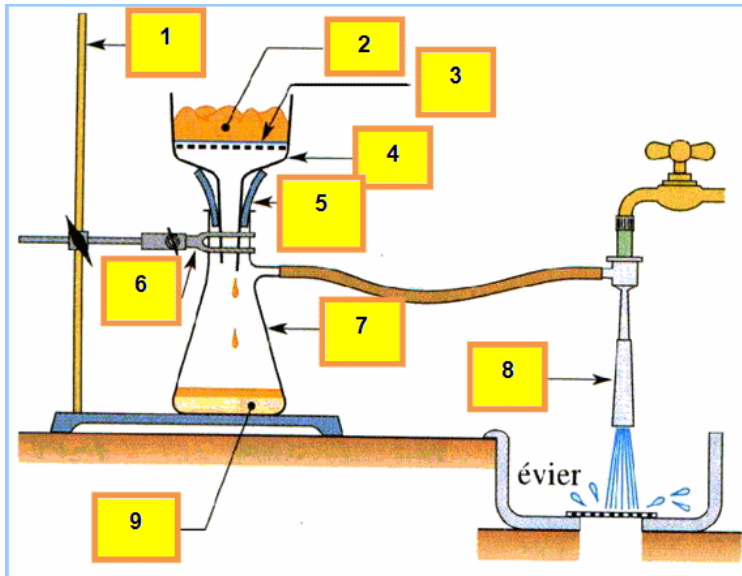


2<sup>ème</sup> étape : cristallisation de l'aspirine

Ajouter de l'eau distillée glacée par petites quantités et refroidir l'erenmeyer dans un bain de glace.

3<sup>ème</sup> étape : filtration sous vide

On réalise la filtration sur Büchner des cristaux d'aspirine obtenus. Rincer à l'eau distillée.



Légende

- 1.
- 2.
- 3.
- 4.
- 5.
- 6.
- 7.
- 8.
- 9.

dispositif de filtration sous vide (Büchner)

1. D'après vous, pourquoi faut-il ajouter l'eau par petites quantités ?
2. Que peut-on dire de la solubilité de l'aspirine dans l'eau ?

### Prolongement

La purification de l'acide acétylsalicylique obtenu peut être réalisée par une opération dite de **recristallisation** : le solide synthétisé est dissous dans quelques millilitres d'un mélange 50/50 en volume d'éthanol et d'eau puis porté à ébullition. Lors du refroidissement à température ambiante puis dans un bain de glace, des paillettes blanches d'acide salicylique purifié apparaissent.

*Par manque de temps, nous ne réaliserons pas cette opération de recristallisation.*

### Caractérisation

Méthode n°1 : Utilisation du banc Köfler

Expliquer le principe de la méthode.

Méthode n°2 : Chromatographie sur Couche Mince

On réalise la CCM du solide obtenu (noté A) à l'aide d'un éluant constitué d'un mélange d'acétone et de cyclohexane. Les témoins sont l'acide salicylique pur (B) et l'aspirine du Rhône (C).

Le chromatogramme obtenu a l'allure ci-contre.

1. Calculer le rapport frontal de l'aspirine dans l'éluant utilisé.
2. Conclure.

