

TP 1 : SYNTHÈSE DE L'ASPIRINE

I. INTRODUCTION

Dénomination commune de l'acide acétylsalicylique, de formule $\text{COOH-C}_6\text{H}_4\text{-O-CO-CH}_3$, l'aspirine est un analgésique et un antipyrétique remarquable, elle permet de soulager la grippe, le rhume, fièvre, migraine et douleurs diverses. Ce médicament, déjà ancien, reste le plus vendu dans le monde.

I.1 Propriétés de l'aspirine :

Analgésique : supprime la douleur (Antalgique : soulage la douleur).

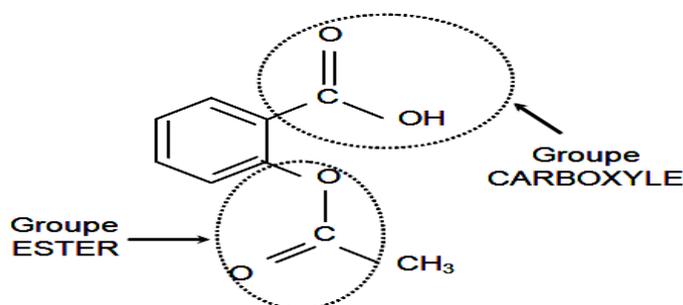
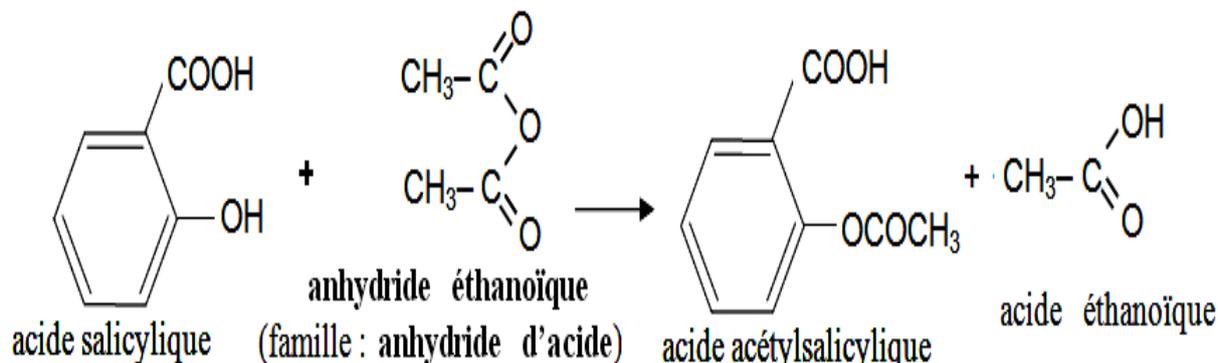
Anti-inflammatoire : traite les inflammations.

Antipyrétique : combat la fièvre.

II. PRINCIPE

L'aspirine possède une fonction ester. Cette fonction dérive de la fonction acide carboxylique et est présente dans les principes actifs de très nombreux médicaments.

La synthèse de l'aspirine se fait à partir de l'anhydride acétique et de l'acide salicylique selon la réaction suivante :



Acide acétylsalicylique (aspirine)

III.MODE OPERATOIRE :

1-Préparation du montage à reflux.

- Installer la potence sur votre paillasse et fixer 2 grosses pinces.
 - Placer l'agitateur magnétique chauffant sur un support élévateur.
 - Préparer le bain-marie à 60° C dans un cristalliseur pyrex rempli au 1/4 avec de l'eau sur l'agitateur chauffant. Contrôler la température à l'aide d'un thermomètre.
 - Dans une coupelle bien sèche, peser **5 g d'acide salicylique**.
 - Introduire les cristaux dans un ballon bien sec, à l'aide d'un entonnoir.
 - *Sous la hotte :*
- ajouter **7 ml d'anhydride éthanoïque** (anhydride acétique) à l'aide d'une pipette graduée
- ajouter avec précaution, **3 à 4 gouttes d'acide sulfurique concentré**.
- Introduire le turbulent (barreau magnétique plastifié).
 - Monter le réfrigérant sur la potence (fixé à l'aide d'une pince).
 - Placer le ballon sous le réfrigérant (fixé à l'aide d'une pince).
 - Mettre en route la circulation d'eau froide dans le réfrigérant.
 - Placer le ballon au bain-marie, dans le cristalliseur et sur l'agitateur magnétique chauffant

L'expérience doit durer 15 à 20 minutes.

2-CRISTALLISATION DE L'ASPIRINE

- Remplir une éprouvette graduée de 50 ml d'eau distillée froide.
- Retirer le bain-marie et l'agitateur en faisant descendre le support élévateur puis, sans arrêter le réfrigérant, verser, très lentement, par le haut du réfrigérant 5 à 10 ml d'eau distillée froide. Observer.
- Verser ensuite avec précautions le reste de l'eau froide et on agite à température ambiante jusqu'à l'apparition de cristaux.
- Arrêter le réfrigérant, dégager le ballon.
- Placer pour finir le ballon dans l'eau glacée quelques minutes (jusqu'à cristallisation complète).

3-FILTRATION

Filtrer sur Büchner, rincer le ballon à l'eau distillée froide afin de récupérer toute l'aspirine formée.

4-Recristallisation de l'aspirine

- Verser l'aspirine dans un erlenmeyer.
- Dissoudre les cristaux dans la plus petite quantité possible d'éthanol.
- Après la dissolution, verser 50 ml de l'eau glacée dans l'erlenmeyer afin que l'aspirine cristallise.
- Après recristallisation, filtrer, laver l'aspirine à **l'eau glacée** pour ne pas redissoudre ce qui reste.
- Essorer sur Büchner.