

Université de Jijel

Annexe de la faculté de médecine

TP de Chimie -1^{ère} année médecine

TP04 : Synthèse de l'acide acétylsalicylique (aspirine)

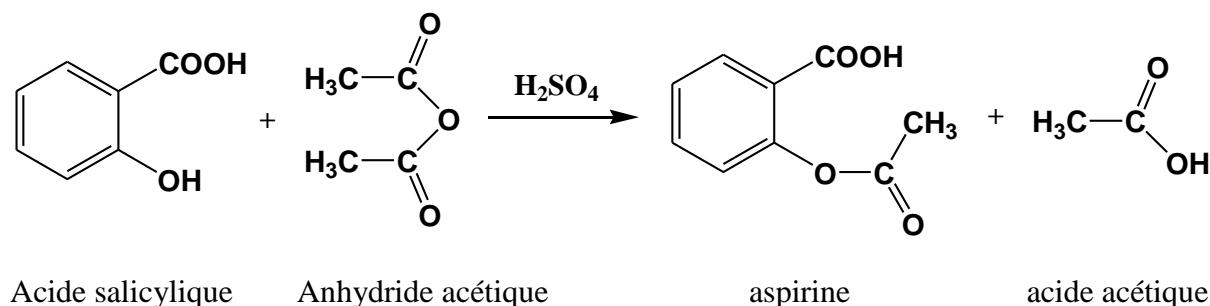
I - L'objectif

- Synthétiser une molécule organique (l'aspirine) d'intérêt biologique à partir d'un protocole
- Identifier les réactifs et les produits à l'aide de chromatographie sur couche mince

II- Partie théorique

L'aspirine est connue pour ses propriétés antalgiques, antipyrétiques et anti-inflammatoires. Il est aussi utilisé comme antiagrégant plaquettaire.

Au laboratoire, la synthèse de l'acide acétylsalicylique, principe actif de l'aspirine, peut être réalisée à partir d'acide salicylique et d'anhydride acétique en présence de l'acide sulfurique comme catalyseur.



Acide salicylique

Anhydride acétique

aspirine

acide acétique

III- Partie expérimentale

Matériel :



Balance



Agitateur



Spatule



Papier filtre



Barreau magnétique



Entonnoir



Ballon



Réfrigérant



Fiole à vide

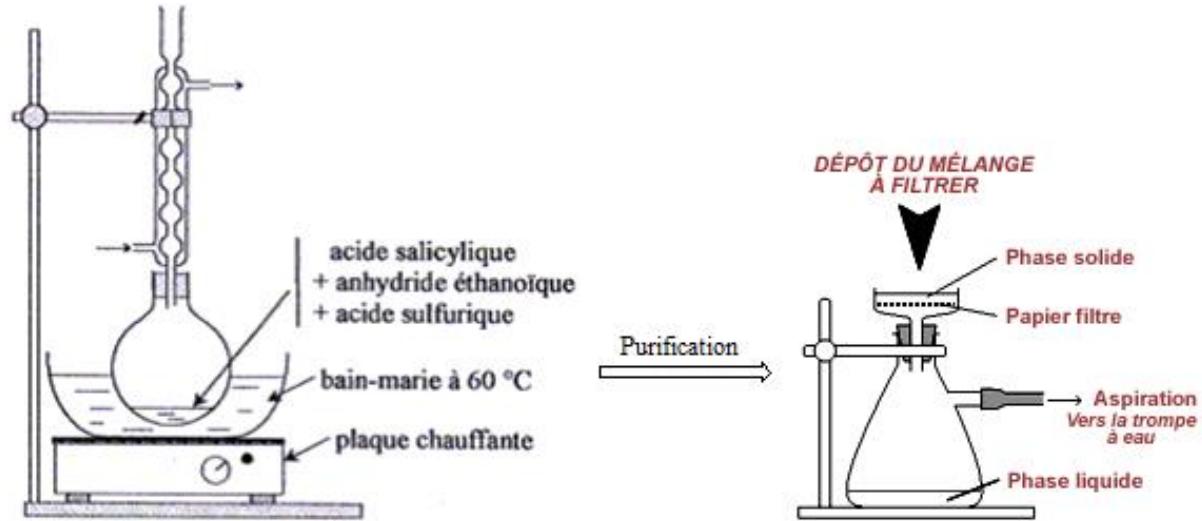


Filtre Buchner

Mode opératoire :

1. Introduire dans un ballon de 100ml, bien sec, 1,5 g d'acide salicylique et 3,5 ml d'anhydride acétique puis rajouter 5 gouttes d'acide sulfurique concentré. Le mélange est chauffé sous agitation au bain marie durant 20 min à 65°C maximum.
2. Soulever le ballon du bain-marie en maintenant l'agitation et verser aussitôt, par petites quantités environ 20 ml d'eau distillée froide. Continuer à agiter doucement jusqu'à l'apparition des premiers cristaux. Rajouter alors 20 ml d'eau glacée et placer, sans agiter, le ballon dans un bain eau-glace pendant une dizaine de minutes.
3. Réaliser une filtration sous vide pour récupérer l'aspirine cristallisée.
4. Laver le solide obtenu à l'eau glacée.
5. Sécher le produit à l'étuve à 80°C pendant 20 à 25 minutes, puis le peser
6. Effectuer un contrôle de qualité par CCM.

Les solides seront dissous dans un peu d'acétate d'éthyle avant dépôt sur la plaque.



Chromatographie sur Couche Mince (CCM)

La CCM est une technique de séparation et d'identification des espèces chimiques. Le mélange est entraîné par un liquide (la phase mobile est appelé « éluant ») et migre par capillarité sur un support (la phase stationnaire).

- On verse l'éluant en faible quantité dans la cuve puis on place le couvercle.
- On trace une ligne horizontale, avec précaution, à environ 1 cm du bas de la plaque.
- On dépose le produit à analyser et les références en plusieurs touches successives pour enrichir le dépôt.
- On introduit la plaque dans la cuve, puis on met le couvercle.
- Quand le front arrive à 1 cm du haut, on retire la plaque.

On trace un trait indiquant le front du solvant.

- On sèche la plaque, que l'on passe éventuellement sous la lampe UV. On trace les taches au crayon.

Manipulation

Dans trois petits tubes A, B et C, verser de l'acétate d'éthyle puis y dissoudre :

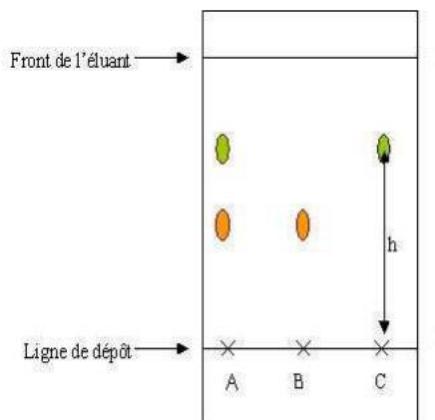
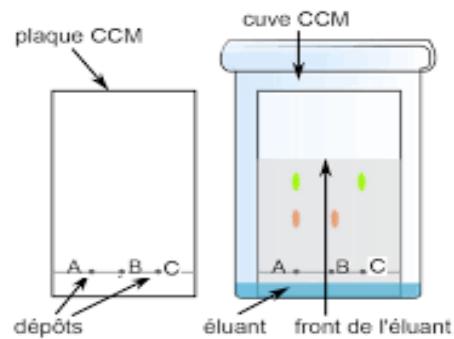
- tube **A** : de l'acide acétylsalicylique préparé
- tube **B** : de l'aspirine du commerce préalablement broyée au mortier.
- tube **C** : de l'acide salicylique.

Préparation de l'éluant :

- 60 % de cyclohexane
- 20 % d'acétate d'éthyle
- 20 % d'acide acétique.

Calcul du rapport frontal (R_f)

$R_f = \text{Distance parcourue par l'échantillon spoté en cm} / \text{Distance parcourue par la phase mobile en cm}$



Nom :

Groupe :

Prénom :

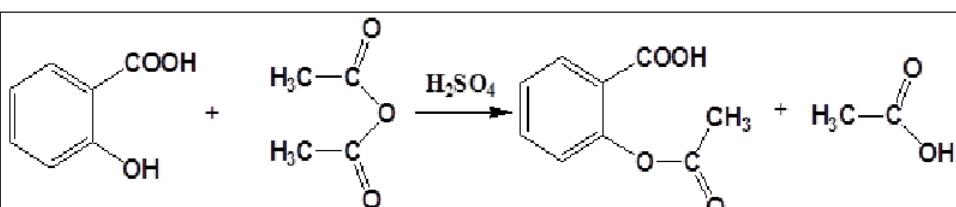
Sous-groupe :

Compte rendu (à remettre à la fin de la séance)

IV- Questions

1- Déterminer les quantités de matière initiales en anhydride éthanoïque et en acide salicylique engagées lors de la synthèse.

2- Quel est le réactif limitant ? Compléter alors la dernière ligne du tableau.

(en mol)				
Etat initial $x = 0$			0	0
En cours x			x	x
Etat final $x_{max} = \dots$				

3- En déduire la masse théorique (maximale) d'aspirine $m_{thé}$ que l'on pouvait obtenir.

4- Calculer alors le rendement de la synthèse

5- Quel est l'intérêt du chauffage au bain marie ?

6- Représenter la CCM que vous avez obtenue en légendant bien chaque dépôt. Calculer les rapports frontaux.

7- Que pouvez-vous dire sur la pureté du produit obtenu pour la réaction réalisée ?

Donnée :

	M (g/mol)	Densité	T _{fus} (°C)	T _{eb} (°C)
Acide salicylique	138	/	159	211
Anhydride acétique	102	1,082	- 73	136,4
Acide acétylsalicylique	180	/	135	/