

Synthèse de l'aspirine

Slim

17 avril 2025

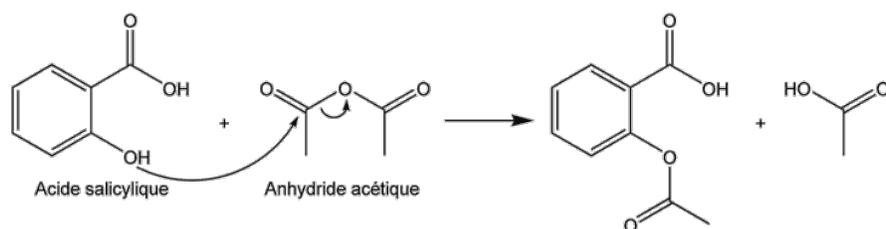
1 Introduction

2 Synthèse

De nombreuses leçons peuvent être associées à cette expérience.

— Séparations, purifications, contrôles de puretés

—



Acide salicylique + Anhydride éthanoïque = Acide acétylsalicylique + Acide acétique

L'anhydride acétique est la déshydratation de l'acide acétique (acide éthanoïque). Il est formé de 2 acides avec un dégagement de H_2O

L'acide acétylsalicylique est un ester. La synthèse de l'aspirine est une estérification.

Comme pour toute estérification, l'anhydride est plus réactif que l'acide donc utilisable à plus basse température. Dans ce cas l'estérification est une réaction entre un acide carboxylique et un anhydride d'acide, formant un ester et un acide carboxylique.

Le chlorure d'acyle (comme le chlorure d'éthanoyle, CH_3COOCl) est encore plus réactif et la réaction est irréversible. Trop réactif à température ambiante; efficace mais délicat.

$CH_3COCl + CH_3OH \rightarrow CH_3COOCH_3 + HCl$ chlorure d'éthanoyle + méthanol \rightarrow éthanoate de méthyle + acide chlorhydrique

On met quelques gouttes d'acide pure (sans H_2O sinon l'ester s'hydrate) comme catalyseur.

3 Manipe

Protocole selon 100 Manipulation de Chimie : organique Manipe 44, p.127

F. Daumarie, P. Griesmar, and S. Salzard. Florilège de chimie pratique. 59 Expériences commentées. Hermann, 2002, p. 53 (ou Le Maréchal, p. 151).

Cette synthèse peut être remplacée par celle du paracétamol, J. Mesplède and C. Saluzzo. 100 manipulations de chimie. Chimie organique et inorganique. Bréal, 2002, p. 125.

[Fiche professeur, Pierron](#)

Réactifs

— 7,5g acide salicylique

— 11ml anhydride acétique

— 1 goutte acide sulfurique pure

On chauffe 40-50 degrés pendant 20min, on observe la précipitation de l'aspirine. Rinçage avec de l'eau froide pour dissoudre un minimum d'aspirine. Attention, il subsiste des traces de H_2SO_4 et d'acide salicylique s'il était en excès (à vérifier selon la masse molaire).

On purifie par cristallisation en laissant refroidi lentement la solution lavée. Après séchage, on obtient un rendement de 90%.

On teste la pureté de l'aspirine par CCM ([principe CCM](#)) en comparant avec de l'aspirine industrielle. L'éluant doit être ni trop ni peu polaire.

Composé	Polarité
Acide salicylique	très polaire (-OH, -COOH)
Aspirine	moins polaire (ester)
Anhydride éthanoïque	peu polaire, volatil
Acide éthanoïque (impureté possible)	polaire

TABLE 1 – Polarité des composés impliqués dans la synthèse de l'aspirine

On choisit notre éluant sur la base de ce tableau

Mélange	Polarité	Utilisation
Éthylacétate / cyclohexane (50 :50 à 80 :20)	moyenne	Très courant pour l'aspirine
Acétate d'éthyle pur	polaire moyenne	Pour séparer aspirine / acide salicylique
Dichlorométhane / méthanol (95 :5)	un peu plus polaire	Si migration insuffisante

TABLE 2 – Exemples d'éluants pour une CCM de l'aspirine

On peut tester avec un mélange éthylacétate / cyclohexane (70 :30) et ajuster si le contraste n'est pas suffisant.

Autre option ;60 mL d'acétate de butyle , 40 mL de cyclohexane et 10 mL d'acide éthanoïque

On teste le point de fusion. Attention à allumer l'appareil assez tôt et l'étalonner. Notre aspirine fond à 142 degrés, alors qu'elle est tabulée à 135 degrés. L'acide salicylique fond à 159 degrés, on a peut-être un produit impure.

Prévoir du matériel en double pour présenter les différentes étapes de la synthèse.

Matériel

- ballon 200ml
- reflux réfrigérant
- bain marie, plaque chauffante
- agitateur, aimant et barreau aimanté
- élévateur
- potence
- 1 bécher de 200ml
- filtre Büchner avec filtre papier
- fiole à vide avec 2 tuyaux
- fiole de garde
- plaque CCM
- tubes capillaires
- crayon
- bécher pour la CCM
- cristalliseur
- glace

4 Commentaires

5 Biblio

[Leçon 2, p.13](#)