

Manipulation 313 : Synthèse de l'aspirine

Matériel et produits :

- Acide salicylique
- Anhydride éthanóïque
- Acide sulfurique concentré
- Acétate d'éthyle, cyclohexane
- Éthanol
- Acide acétique
- Acide acétylsalicylique

Protocole :

Dans un tricol de 50mL, équipé d'un réfrigérant et d'une ampoule de coulée, ajouter :

- Environ exactement 2,5g d'acide salicylique (m =)
- 4mL d'anhydride éthanóïque
- 1 goutte d'acide sulfurique concentré

Chauffer sous agitation à 60°C pendant 20min

Prélever quelques gouttes du milieu réactionnel, ajouter dans un pilulier contenant 1mL d'eau et 0,5mL d'acétate d'éthyle

Faire une CCM

Couper le chauffage et ajouter 5mL d'eau distillée par l'ampoule à décanter

Refroidir dans un bain d'eau glacée

Ajouter 15mL d'eau froide et agiter jusqu'à l'apparition de cristaux

Essorer la moitié du solide sur Büchner, laver à l'eau froide et mettre à l'étuve dans un récipient taré

(m =)

Recristalliser le produit dans un mélange eau/éthanol : 50/50

Caractérisation :

CCM (éluant : cyclohexane/EtOAc/acide acétique : 60/20/20)

IR

T_{fus} (théorique = 135°C)