Manipulation sur l'aspirine

I - Principe de la préparation.

L'aspirine ou acide acétyl-salicylique se prépare par action de l'anhydride acétique sur l'acide salicylique.

acide salicylique

acide acétyl-salicylique

Dans cette réaction d'acétylation, il y a remplacement de l'atome d'hydrogène du groupement OH par le radical acétyle—CO— CH_a .

L'aspirine possède des propriétés analgésiques et fébrifuges.

II - Manipulation.

- 1) Préparer un bain d'eau à 60° (thermomètre) et régler le gaz pour maintenir cette température.
- 2) Dans un erlenmeyer, bien desséché, introduire 5 g d'acide salicylique pulvérisé, puis 7 cm² d'anhydride acétique. Mélanger.
- 3) Plonger l'erlenmeyer dans le bain à 60°. Ajouter deux gouttes d'acide sulfurique concentré (catalyseur d'acétylation). Maintenir la température de 60° C pendant 20 minutes, en agitant de temps en temps. Tout se dissout.
- 4) Retirer le récipient du bain. Dès que le mélange est froid, ajouter peu à peu 75 cm³ d'eau. Il se forme un précipité abondant d'aspirine. Essorer le précipité sur un büchner, en arrosant avec quelques centimètres cubes d'eau. Mettre un double-disque de papier filtre au fond du büchner.

III - Compte rendu

- 1) Faire le schéma de la préparation et de la filtration.
- 2) Calculer la quantité d'anhydride acétique théoriquement requise par 5 g d'acide salicylique, en masse et en volume d = 1,1. [Réponses : 3,7 g et 3,38 cm³].

- 3) Calculer la masse d'aspirine théoriquement obtenue [Réponse: 6,52 g]. Déterminer la masse du précipité bien sec par pesée. Calculer le rendement de la préparation en pourcentage.
- 4) Pureté du produit obtenu : d'après l'essai du Codex, l'acide acétyl-salicylique ne doit pas donner de coloration immédiate avec le chlorure ferrique (sinon : produit souillé d'acide salicylique libre). Vérifier par contre que le filtrat donne la coloration.

Matériel nécessaire :

Par groupe: Acide salicylique - Anhydride acétique - Eprouvettes graduées (10 cm³ et 100 cm³) - Capsule émaillée pour bain-marie - Thermomètre [Agitateur - Pipette - Tubes à essais] - Chlorure ferrique - Trébuchet - Acide sulfurique concentré - Un erlenmeyer (col étroit).

Table centrale: Büchner et trompe à eau pour filtration - Papier filtre et paire de ciseaux.

Notes pédagogiques :

Excellente manipulation pour Spéciales B et Maths-Elem (TP de fin d'année).

```
Acide salicylique : C_0H_4 (OH) (CO<sub>2</sub>H) M=138 Anhydride acétique : (CH_3-CO)_2-O M=86 Acide acétyl-salicylique : C_0H_4 (COOH) (O—CO—CH<sub>3</sub>) M=180.
```

L'ion salicylique présente une réaction colorée extrêmement sensible : en présence d'ions ferriques, coloration violette, encore visible à la concentration d'un cent-millième.

Le nom déposé « Aspirine » Bayer, 1901) est l'abréviation d'a-cétyl-spiréine, la spiréine étant l'acide salicylique, contenu à l'état d'ester dans les fleurs de Spiraea Ulmaria (Rosacées) (= Ulmaire ou Reine des Prés).

Paillettes ou fines aiguilles incolores, brillantes, à saveur acide, très peu solubles dans l'eau (1/200), F = 135° C, s'hydrolysant peu à peu en solution aqueuse, en acides salicylique et acétique.

L'aspirine impure est maintenue en solution par l'acide acétique formé et rendue insoluble par l'addition d'eau.

> R. FAVERGE, Marseille - Thiers.