

# Protocole de TP : Synthèse de l'aspirine

Benjamin Car

D'après Malespède p.146. **Attention** Quantités divisés par deux.

## 1 Matériel

- ballon bicol 100mL
- Réfrigérant à eau
- Agitateur chauffant et éleveur
- olive
- cristalliseur
- filtre buchner et fiole à vide
- Matériel pour chromatographie (pipettes, piluliers, plaque ..)
- banc Kofler
- Spectro IR
- Pipettes et béchers
- Ampoule de coulée isobare

## 2 Protocole

Introduire 2,75 g de paraaminophénol (25 mmol), 2.5 mL d'acide éthanoïque (pour être acide sans ajouter une autre espèce) et 25 mL d'eau dans le ballon. Agiter et chauffer à reflux ( $\approx 10$  min à  $80^\circ\text{C}$ ). Ajouter alors goutte à goutte 3.5 mL d'anhydride éthanoïque (37 mmol) grâce à l'ampoule de coulée, en maintenant l'agitation, pendant 5min. Arrêter alors le chauffage et tremper le ballon dans de l'eau glacée. A froid, le produit précipite. Le forcer en frottant avec une baguette en verre. Réaliser une filtration Buchner avec lavage à l'eau glacée.

Recristallisation à l'eau, à introduire dans l'ampoule de coulée. Dissoudre le produit à chaud en utilisant le minimum de solvant. Lorsque le reflux est atteint, laisser refroidir lentement, puis dans l'eau, puis dans un bain de glace. Réaliser de nouveau un filtrage Buschner.

**CCM** Pour réaliser une CCM, utiliser un éluant dichlorométhane/acétone (50/50) et réaliser les dilutions des produits dans l'acétone. Attention, les taches sont à peu près au même endroit mais le paraaminophénol s'oxyde et pas le paracétamol. Si il n'y a pas de tache brune dans le produit, il n'y a donc plus d'amine.

$T_{fus,paracetamol} = 171^\circ$  et  $T_{fus,paraaminophenol} = 187^\circ$ .

Spectres IR bien différents!

## 3 Résultats et interprétation

La réaction est paraaminophénol + Anhydride éthanoïque = paracétamol + acide éthanoïque  
Le paraaminophénol est limitant. On utilise l'anhydride car très réactif. Attention toute la verrerie

doit être bien sèche ! L'ajout d'anhydride se fait à chaud pour des raisons de cinétique, il doit réagir préférentiellement avec le réactif et pas avec le produit formé.  
On pourrait utiliser un autre protocole sans anhydride (simple acide éthanique) avec un Dean-Stark pour éliminer l'eau alors formée.

## 4 Tips

- Prendre une grosse olive, l'agitation doit être vigoureuse !
- Ampoule isobare, tubulure vers le haut !
- Quand on dit ajouter de l'eau glacée, c'est de l'eau distillé !!! Préparer un bécher dans un cristalliseur d'eau glacée.
- Si après reflux il n'y a pas de précipitation, gratter le bécher avec une baguette en verre.
- Pour le spectre IR d'un solide, tourner la presse jusqu'au clic