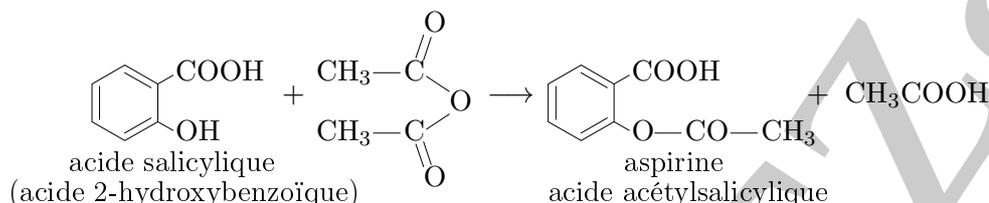


L'acide salicylique, extrait de l'écorce du saule, est connu depuis longtemps pour ses propriétés anti-pyrétiques, anti-inflammatoires, analgésiques et anti-coagulantes. En 1860, le chimiste allemand Hermann Kolbe réussit la synthèse chimique de l'acide salicylique à partir du phénol (hydroxybenzène), mais son acidité irrite le tube digestif ; c'est seulement en 1897 que Félix Hoffmann, jeune chimiste allemand, trouve un composé voisin, l'acide acétylsalicylique qui, lui, est bien supporté par l'organisme.

Le protocole ci-dessous permet de réaliser une hémisynthèse de l'aspirine (*hémi* : demi, à moitié). L'ester (l'aspirine) est obtenu par réaction entre l'acide salicylique et l'anhydride éthanoïque ; la réaction, un peu lente, est catalysée par l'acide sulfurique.



Données :

- anhydride éthanoïque (102 g.mol^{-1}) : liquide incolore, de densité 1,08, de température d'ébullition $149 \text{ }^\circ\text{C}$, très volatil, irritant et corrosif, réagit vivement avec l'eau ;
- acide salicylique (138 g.mol^{-1}) : solide blanc insoluble dans l'eau froide, très soluble dans l'éthanol, dans l'anhydride éthanoïque ;
- acide acétylsalicylique ou aspirine (180 g.mol^{-1}) : solide blanc peu soluble dans l'eau froide (solubilité : $3,3 \text{ g.L}^{-1}$ à $25 \text{ }^\circ\text{C}$), très soluble dans l'éthanol, dans l'anhydride éthanoïque.

① Introduire dans un erlenmeyer sec, dans cet ordre :

- 5,0 g d'acide salicylique ;
- 12 mL d'anhydride éthanoïque mesurés à l'éprouvette sous la hotte (produit dangereux) ;
- quelques gouttes d'acide sulfurique concentré ;

② Boucher l'erlenmeyer et le ramener à sa paillasse avec précaution. Homogénéiser.

③ Chauffer à reflux pendant 15 min environ (en maintenant la température du bain à de $80 \text{ }^\circ\text{C}$).

④ Retirer l'erlenmeyer du chauffage sans supprimer la réfrigération.

⑤ Ajouter 50 mL d'eau froide, remettre le réfrigérant et plonger l'erlenmeyer dans un bain d'eau glacée. Agiter.

⑥ Lorsque les premiers cristaux apparaissent, rajouter encore 50 mL d'eau distillée glacée et placer l'erlenmeyer dans le bain d'eau glacée jusqu'à cristallisation complète (cela prendra plusieurs minutes).

⑦ Filtrer sur büchner et rincer à l'eau froide. Récupérer les cristaux.

⑧ Effectuer la recristallisation selon les indications du professeur. Filtrer à nouveau et récupérer les cristaux dans une coupelle préalablement pesée.

a. Identifier les groupes fonctionnels dans les réactifs et les produits de la synthèse.

b. Faire le schéma légendé des étapes de synthèse, cristallisation, filtrage.

c. Expliquer l'intérêt du chauffage à reflux.

d. Pourquoi l'erlenmeyer doit-il être bien sec au début ?

e. Quels moyens utilise-t-on pour augmenter la vitesse de la réaction ?

f. Quelle réaction a lieu lorsqu'on ajoute de l'eau après avoir chauffé le mélange réactionnel ?

g. Expliquer le but et le principe de la recristallisation.

h. Déterminer la masse maximale d'aspirine que l'on peut former, puis le rendement de la synthèse une fois connue la masse sèche d'aspirine formée.