

TP N° 05

RECRISTALLISATION ET IDENTIFICATION DE L'ASPIRINE

1- Objectifs:

- ✓ La recristallisation de l'aspirine.
- ✓ Calculer le rendement de la réaction.
- ✓ Identification de l'aspirine.

2- Présentation de la démarche :

L'aspirine obtenue est impure. La recristallisation est une technique qui permet de purifier un produit en le débarrassant des impuretés organiques ou minérales qu'il peut contenir.

La recristallisation utilise la différence de solubilité à chaud et à froid entre un corps pur et ses impuretés dans un solvant ou un mélange de solvants. On dissout à chaud le produit brut dans un minimum de solvant. Par refroidissement, le produit cristallise en laissant les impuretés en solution dans le solvant. Il faut donc choisir un solvant ou un mélange de solvants dans lequel le produit est peu soluble à froid et dans lequel les impuretés restent en solution à froid.

Propriétés des produites:

	Acide salicylique	Anhydride éthanoïque	Acide acétylsalicylique	Acide éthanoïque
Masse Molaire	138 g·mol ⁻¹	102 g·mol ⁻¹	180 g·mol ⁻¹	60 g·mol ⁻¹
Densité	-	1.08	-	1.05
T_{eb} ou T_f	T _f = 159 °C	T _f = 139 °C	T _f = 135 °C	T _f = 118 °C
Solubilité	Insoluble dans l'eau et très soluble dans l'éthanol, l'acétate d'éthyle, l'anhydride éthanoïque.	Soluble dans l'eau et l'éthanol	Très peu soluble dans l'eau à 20°C, soluble à 60°C. Très soluble dans l'éthanol quelle que soit la température.	Très solubles dans l'eau quelle que soit la température
Caractéristiques	Solide blanc	Liquide incolore, d'odeur piquante	Solide blanc	Liquide incolore, d'odeur piquante

3- Mode opératoire:

1) Purification de l'aspirine (Recristallisation) :

- Introduire les cristaux d'aspirine préparée dans un erlenmeyer de 100 mL. Ajouter environ 5 mL d'éthanol. Agiter avec un agitateur en verre afin de dissoudre un maximum de cristaux.
- Chauffer l'erlenmeyer au bain-marie à 60°C pendant quelques minutes tout en agitant jusqu'à dissolution complète du solide.
- Lorsque tous les cristaux ont disparu, ajouter alors progressivement 30 mL d'eau distillée chaud jusqu'à obtenir une solution limpide.
- Laisser refroidir lentement à l'air sans agiter, puis dans un bain d'eau glacée (l'erlenmeyer étant fixé pour ne pas basculer). L'aspirine précipite. Attendre quelques minutes afin que toute l'aspirine soit cristallisée.
- Filtrer les cristaux sur Büchner, laver avec de l'eau glacée et sécher à l'étuve à 80 °C sur un verre de montre préalablement pesé. Après séchage, peser la masse d'aspirine fabriquée : m = ?

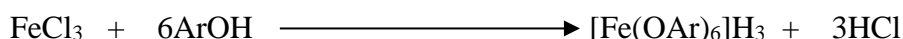
2) Identification par la détermination de T_{fus} :

Déterminer le point de fusion de l'aspirine synthétisée sur banc de Kofler.

3) Identification d'une fonction chimique

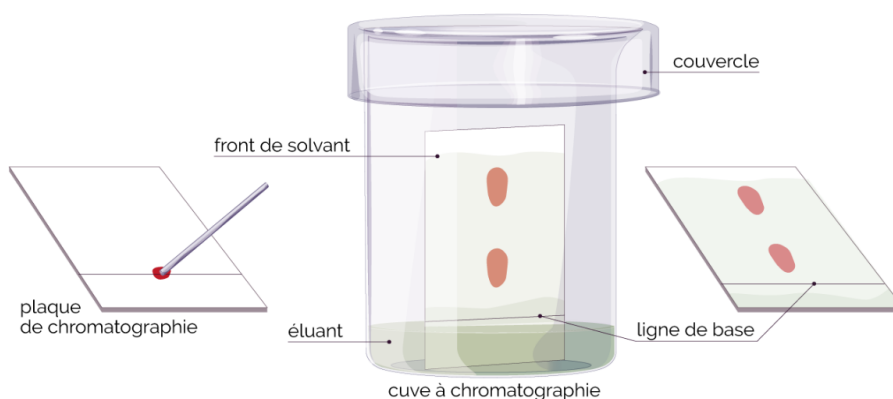
Comparons la molécule de départ (l'acide salicylique) et l'aspirine (l'acide acétylsalicylique). On constate que le groupement phénol (alcool sur noyau phényle) est remplacé par un groupement ester. Testons l'absence de groupement phénol.

Les groupements phénol forment des complexes colorés (la couleur violet) avec le chlorure de fer (III) suivant la réaction :



- ✓ Prendre 2 tubes à essai, introduire dans le premier une pointe de spatule d'acide salicylique, dans le deuxième l'acide acétylsalicylique.
 - ✓ Dans chacun tube, ajouter environ 3ml d'eau et 1 ml de chlorure ferrique 0.1 mol/l.
- 4) Identification de l'aspirine par chromatographie :

La CCM est une technique de séparation et d'identification des espèces chimiques. Elle est basée sur la différence d'affinité existant entre ces composés, la phase mobile qui entraîne les composés, et la phase stationnaire.



a) Préparation de la cuve de chromatographie :

Dans une cuve à chromatographie, verser l'éluant sur une hauteur ≥ 0.5 cm couvrir la cuve. L'éluant utilisé ici est une solution formée par le mélange de 60 mL d'acétate de butyle, 40 mL de cyclohexane et de 10 mL d'acide méthanoïque.

b) Préparation de la plaque de chromatographie :

- Prendre une plaque de silice sur support polyester sensible aux rayons ultra-violets, notés U.V.
- Tracer au crayon un trait fin parallèle au bord inférieur de la plaque à une hauteur ≥ 1 cm : c'est la ligne de dépôt.
- Y repérer trois positions équidistantes, notées A, B et C.
 - en A : une petite goutte du produit synthétisé mis en solution dans l'acétate de butyle,
 - en B : une petite goutte d'aspirine pure mise en solution dans l'acétate de butyle,
 - en C : une petite goutte d'acide salicylique mis en solution dans l'acétate de butyle.

c) Elution :

Descendre la plaque dans la cuve de chromatographie : la technique choisie permet aux taches déposées de rester au-dessus de l'éluant. Lorsque l'éluant est à 1 cm environ du bord supérieur, sortir la plaque et noter, à l'aide d'un crayon, le niveau de l'éluant : c'est le front de l'éluant. Sécher à l'aide d'un sèche-cheveux et révéler à l'aide de la lampe U.V.