

TP N°21 : Analyse de l'aspirine synthétisée



L'objectif de ce TP est d'analyser l'aspirine synthétisée la semaine précédente pour vérifier sa pureté et tester quelques propriétés.

Etape 1 : Recristallisation

L'aspirine obtenue n'est pas pure. Il peut rester des traces d'acide salicylique qui n'a pas réagi. Pour la purifier, on va utiliser la technique de recristallisation. On doit pour cela choisir un solvant qui respecte les conditions suivantes :

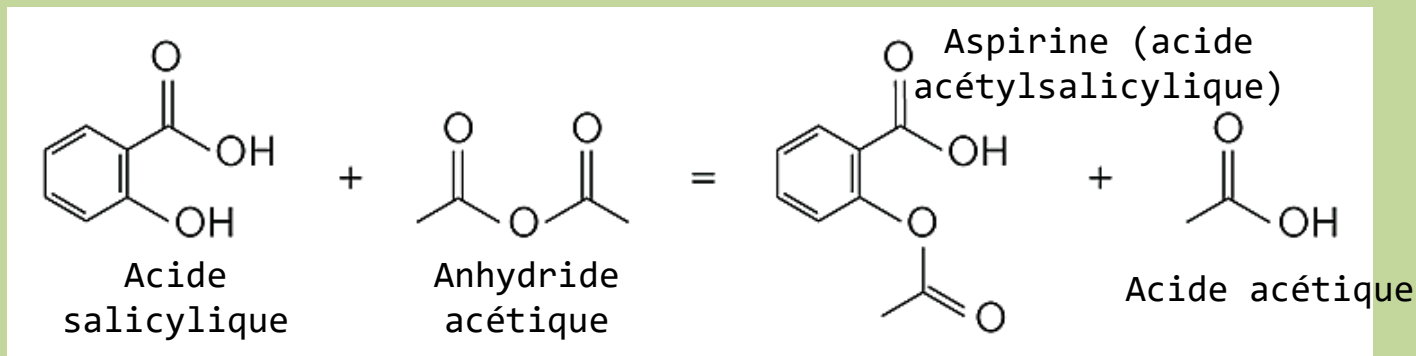
- ✓ l'aspirine et l'acide salicylique y sont solubles à chaud.
- ✓ L'acide salicylique y est soluble à froid également
- ✓ L'aspirine n'y est en revanche pas soluble à froid

Une fois le solvant choisi, on procède ainsi : on dissout entièrement le produit (aspirine + traces d'acide salicylique) dans un minimum de solvant à chaud. Une fois que tout est dissout, on laisse refroidir le solvant. Comme l'aspirine n'y est pas soluble à froid, elle recristallise petit à petit. En revanche, l'acide salicylique reste dissout dans le solvant. Il ne reste plus qu'à filtrer.

- ❑ Le solvant chaud est présent au bureau (il s'agit d'un mélange eau/éthanol). Après avoir bien relu le document et réfléchi aux étapes de la manipulation, procéder à la recristallisation d'une partie de votre aspirine.

Etape 2 : Chromatographie

Rappel : L'aspirine a été synthétisé par la voie de synthèse suivante :



A la suite de la réaction, vous avez d'abord obtenu des cristaux d'aspirine que vous avez ensuite purifiés par recristallisation

- ❑ Réalisez une chromatographie sur couche mince permettant de tester la pureté de vos cristaux d'aspirine avant et après recristallisation, en les comparant à deux espèces chimiques de référence. Vous ferez si besoin des recherches concernant cette technique pour pouvoir réaliser un schéma de l'expérience avant toute manipulation.

Données :

- L'éluant utilisé (et déjà préparé) est un mélange de cyclohexane et d'acétate d'éthyle.
 - Les solides testés seront dissous dans quelques mL d'éthanol
- ❑ Analysez votre chromatogramme et conclure

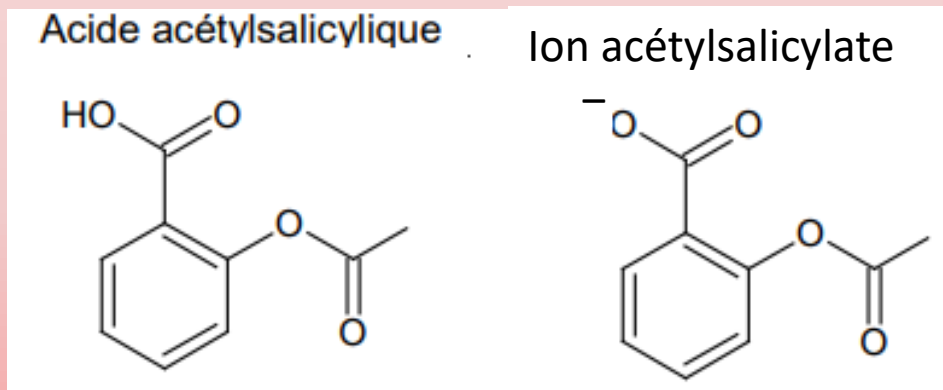
Etape 3 : Température de fusion

- La température de fusion de l'acide acétylsalicylique est de 135°C. Vérifier si le solide recristallisé obtenu à la séance précédente est bien de l'aspirine pure.



Etape 4 : Quelques tests supplémentaires

- ❑ L'acide salicylique (réactif de la synthèse de l'aspirine) forme un complexe violet foncé en présence d'ions fer III. Proposer et réaliser une expérience supplémentaire permettant de vérifier qu'il reste de l'acide salicylique dans l'aspirine avant recristallisation, mais pas après.
- ❑ En milieu basique, l'acide acétylsalicylique peut se transformer en ion acétylsalicylate.



Justifier que l'acide acétylsalicylique est pratiquement insoluble dans l'eau alors que l'ion acétylsalicylate est soluble dans l'eau. Tester cette propriété.