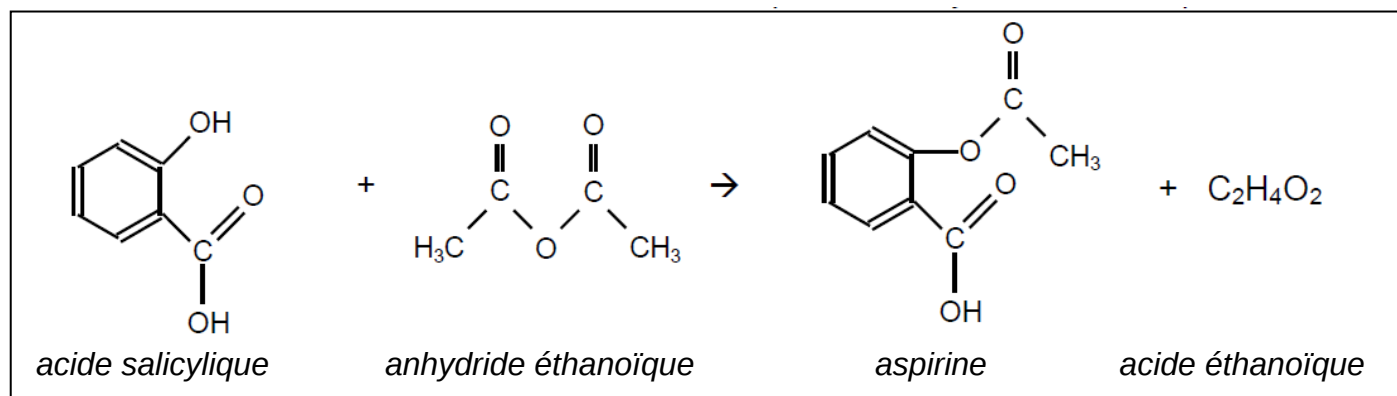


ACTIVITE : IDENTIFICATION D'UN PRODUIT SYNTHETISE

Lors de la séance précédente, nous avons réalisé la synthèse de l'aspirine en utilisant la transformation chimique modélisée par l'équation de réaction suivante :



On se propose dans cette activité de :

- vérifier que le solide synthétisé est bien de l'aspirine ;
- déterminer si le solide synthétisé est pur.

Pour cela, nous allons utiliser deux techniques expérimentales :

- la chromatographie sur couche mince (CCM) ;
- le banc Köfler.

Travail à faire :

- Lire les documents.
- Réaliser une CCM en faisant 3 dépôts :
 - Le produit synthétisé lors de la séance précédente. Pour cela, introduire un peu de ce solide dans un petit tube et rajouter un peu d'acétate d'éthyle.
 - L'aspirine issue d'un comprimé.
 - L'acide salicylique.
- Déterminer la température de fusion du solide synthétisé à l'aide du banc Köfler.
- Répondre aux questions ci-dessous.

Questions :

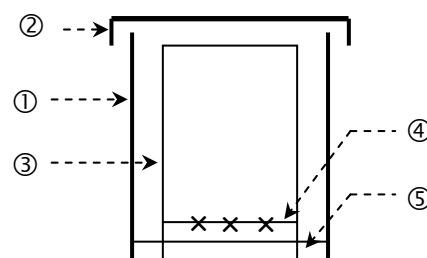
- 1) La chromatographie sur couche mince :
- a- Compléter la légende suivante :

Légende :

- ①
 ②
 ③
 ④
 ⑤

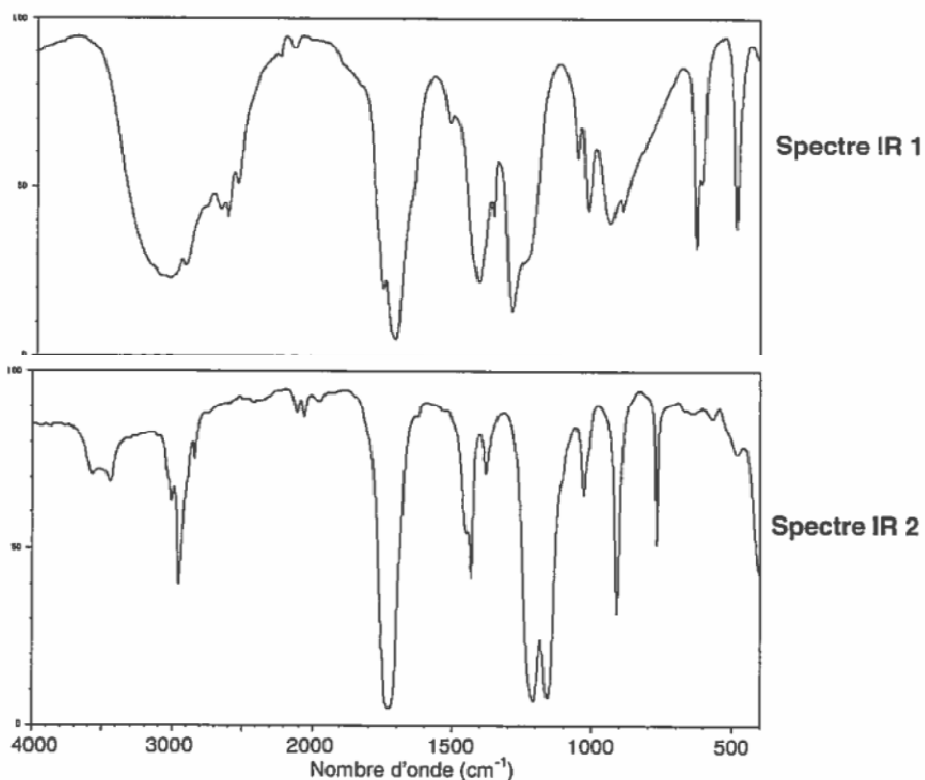
- b- Représenter le chromatogramme obtenu après la révélation.
 c- Que peut-on déduire de ce chromatogramme ?

Schéma général de la CCM :



- 2) Que peut-on déduire de la mesure avec le banc Köfler ?
Utiliser les documents de l'activité précédente pour avoir les valeurs des températures de fusion.
- 3) L'acide éthanoïque :
- d- Ecrire la formule semi-développée de l'acide éthanoïque.
 - e- Entourer et nommer le ou les groupes caractéristiques de cette molécule.

f- Parmi les deux spectres IR ci-dessous, lequel correspond à l'acide éthanoïque ?



Liaison	O—H alcool	O—H acide carboxylique	C=O
σ (cm ⁻¹)	3 200-3 400 Bande forte et large*	2 600-3 200 Bande forte et très large*	1 700-1 760 Bande forte et fine*

Document 1 : Matériel à disposition

- Banc Kofler
- Pour la CCM :
 - Plaque de silice
 - Cuve à chromatographie contenant l'éluant
 - Tubes capillaires
 - Lampe UV
 - Petite pince
 - Acétate d'éthyle pour la réalisation des dépôts
 - Cachet d'aspirine broyé et dissout dans l'acétate d'éthyle
 - Acide salicylique dissout dans l'acétate d'éthyle
 - Tube pour dissoudre le produit synthétisé dans l'acétate d'éthyle
- Produit synthétisé lors de la séance précédente
- Eluant
 - 60% heptane
 - 20 % acide éthanoïque
 - 20% acétate d'éthyle

Document 2 : La chromatographie sur couche mince

Le mot chromatographie vient du grec *chrôma* : couleur.

C'est une méthode physique de **séparation et d'identification** des espèces chimiques présentes dans un mélange homogène. Il existe différentes techniques de chromatographie, la **chromatographie sur couche mince (CCM)** est l'une d'entre elles.

Principe :

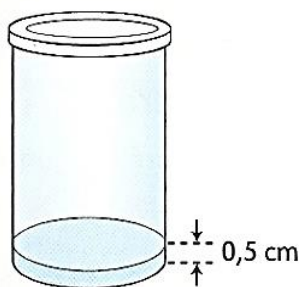
Certaines molécules peuvent se fixer à la surface de particules solides : c'est le phénomène d'adsorbance. Dans le cas d'une CCM, le solide, appelé adsorbant, est une plaque de silice et constitue la **phase fixe**. Les molécules sont entraînées par un liquide appelé **éluant**, qui constitue la phase mobile. Si une espèce chimique est peu entraînée par l'éluant, elle est retenue par la phase fixe et inversement. Les molécules ayant une affinité différente avec l'éluant, vont donc être séparées et migrer plus ou moins sur la phase fixe. Pour un éluant donné, **cette migration est caractéristique de l'espèce chimique**.

Protocole :

Attention :

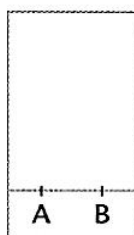
- Ne pas toucher avec les doigts la face de la plaque recouverte de silice (face blanche).
- Pendant toute la phase d'élution, la cuve ne doit pas être bougée.
- Tout espèce chimique solide doit être au préalable dissout dans un peu de solvant (ici l'acétate d'éthyle) avant de réaliser le dépôt.

1 Préparation de la cuve



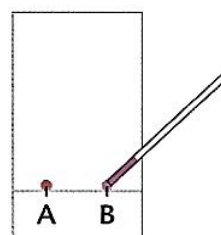
Préparer la cuve à chromatographie en introduisant l'éluant jusqu'à une hauteur de 0,5 cm et la boucher avec un couvercle.

2 Préparation de la plaque



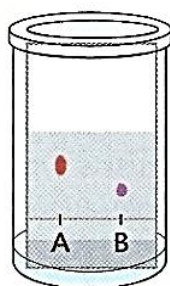
Tracer au crayon à papier, à 1 cm du bas de la plaque, un trait horizontal en y repérant les points de dépôt.

3 Dépôt des espèces chimiques



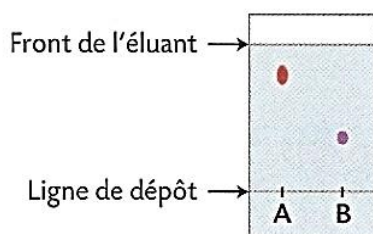
À l'aide d'un tube capillaire, déposer une petite goutte de chacune des solutions contenant les substances étudiées. Laisser sécher.

4 Éluion



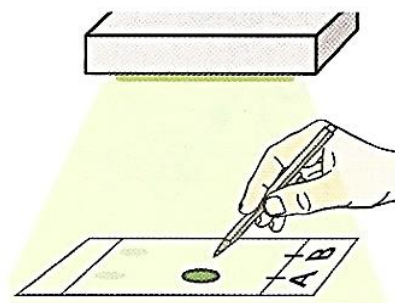
Introduire rapidement la plaque dans la cuve sans que la plaque ne touche les bords. Laisser migrer l'éluant jusqu'à 0,5 cm du bord supérieur.

5 Repérage du front de l'éluant



Sortir la plaque puis repérer immédiatement au crayon à papier le front de l'éluant. La laisser sécher à l'air quelques minutes.

6 Révélation



Si les espèces chimiques sont incolores, révéler la plaque pour observer des taches (à l'aide d'une lampe UV, d'une solution de permanganate de potassium ou de vapeurs de diiode).

Document 3 : La banc Köfler

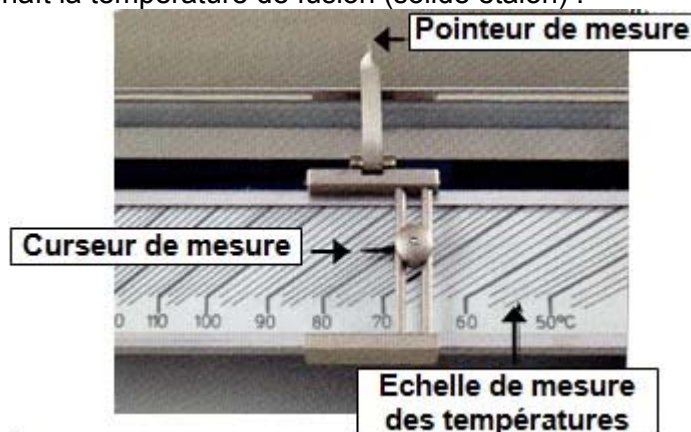
Un banc Köfler est un dispositif utilisé pour identifier des solides, grâce à leur température de fusion. Ce banc est constitué d'une plaque métallique chauffée de façon à obtenir un gradient de température (la température de la plaque augmente de manière linéaire sur toute sa longueur).

Attention : l'extrémité chaude est portée à une température supérieure à 250 °C !

⇒ Ne pas porter de gants de protection et éloigner toutes les substances inflammables.

Protocole :

- Mettre en route le chauffage de la plaque et attendre la stabilisation de la température (environ 30 min).
- Etalonner le banc à l'aide d'une poudre dont on connaît la température de fusion (solide étalon) :
 - a- Placer un peu de cette poudre sur la plaque.
 - b- A l'aide d'une spatule, déplacer le solide lentement du froid vers le chaud, jusqu'à la position où il fond.
 - c- Placer le curseur exactement entre le liquide formé et le solide.
 - d- Déplacer verticalement le curseur mobile de manière à ce que l'extrémité de sa pointe soit sur la graduation correspondant à la température de fusion du solide étalon.



NE PLUS TOUCHER LE CURSEUR MOBILE JUSQU'À LA FIN DES MESURES !

- Nettoyer délicatement le banc.
- Recommencer les étapes a, b, c avec le solide à analyser.
- Lire la température de fusion du solide en repérant la graduation qui se situe à l'extrémité de la pointe du curseur mobile.
- Nettoyer délicatement le banc.

Exploitation : Comparer la température de fusion du solide analysé avec la valeur de référence.

- Si les deux valeurs sont égales, alors le solide analysé est pur.
- Si les deux valeurs sont proches, alors le solide analysé n'est pas pur.
- Si les deux valeurs sont très différentes, alors le solide analysé n'est pas le solide espéré.