EXEMPLE D'UN PRÉLAB ET D'UN RAPPORT POUR UN PROJET EXPÉRIMENTAL

INSTRUCTIONS :

- Compléter les sections écrites en **bleu** pour le **prélab**.
- Compléter les sections écrites en **noir** pour le **rapport**. Autrement dit, après avoir terminé le travail expérimental.

SYNTHÈSE DE L'ACIDE ACÉTYLSALICYLIQUE (ASPIRINE)

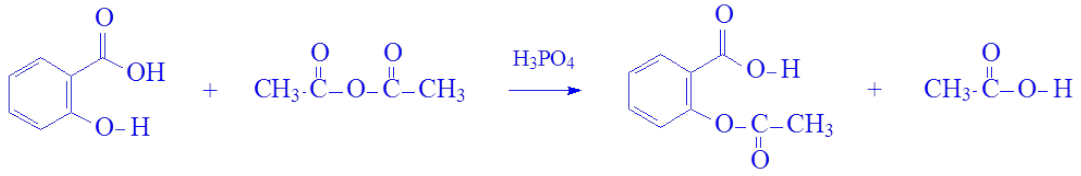
11 janv. 2022
Petra

OBJECTIFS SPÉCIFIQUES [1,2,3]

- *Synthétiser l'acide acétylsalicylique (aspirine) par une acétylation acide de l'acide salicylique par l'anhydride acétique*
- *Déterminer la pureté et la structure de l'aspirine synthétisée en utilisant diverses méthodes d'analyses (point de fusion, CCM, spectroscopie IR)*
- *Déterminer la pureté de l'aspirine synthétisée en utilisant le test au $FeCl_3$ pour détecter la présence d'acide salicylique*

> *Selon le projet, le professeure pourrait vous demander d'inclure un **RÉSUMÉ** et/ou une **INTRODUCTION**. Veuillez se reporter au document du projet pour plus de détails.*

RÉACTION : *Produits et sous-produits formés lors de l'estérification par catalyse acide (catalysée par un acide) (H_3PO_4) de l'acide salicylique par l'anhydride acétique (acétylation).* [1,4]



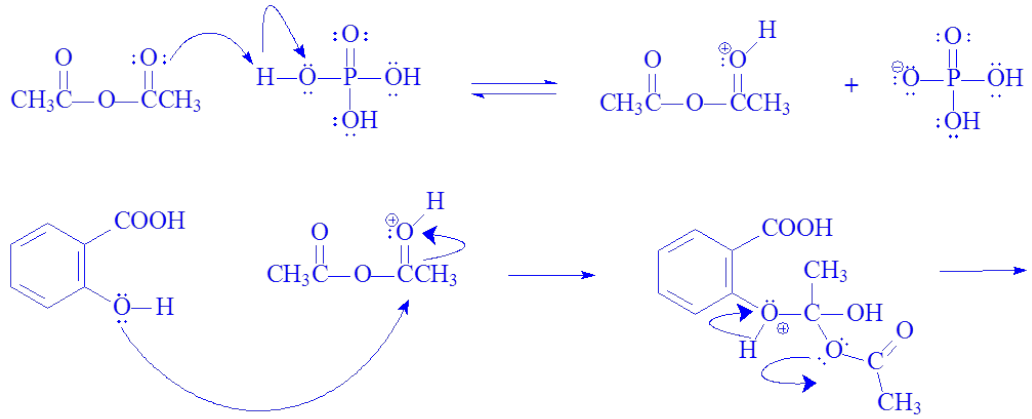
Acide salicylique
Salicylic acid

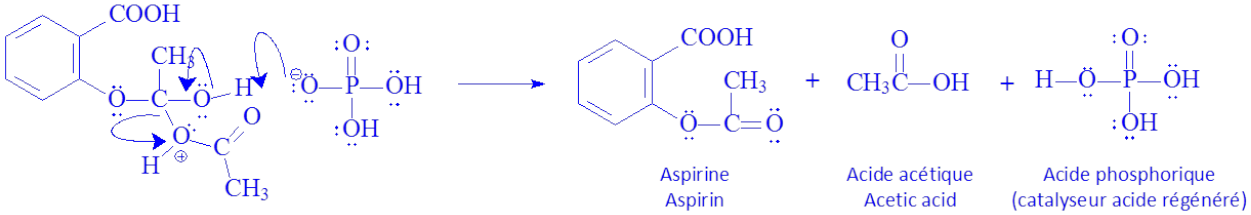
Anhydride acétique
Acetic anhydride

Aspirine / Aspirin
Acide acétylsalicylique
Acetylsalicylic acid

Acide acétique
Acetic acid

MÉCANISME : *addition-élimination nucléophile au groupe carbonyle d'un composé acyle* [5]





Aspirine
Aspirin

Acide acétique
Acetic acid

Acide phosphorique
(catalyseur acide régénéré)
Phosphoric acid
(regenerated acid catalyst)

EXEMPLE D'UN PRÉLAB ET D'UN RAPPORT POUR UN PROJET EXPÉRIMENTAL

RÉSULTATS

Synthèse et recristallisation de l'acide acétylsalicylique

Tableau 1. Quantités (masses, volumes, millimoles) des réactifs utilisés pendant la synthèse de l'acide acétylsalicylique. Quantités (masses, rendement théorique, pourcentages de rendement et de récupération) des produits formés.

		RÉACTIFS	
Quantités	***Acide salicylique***	***Anhydride acétique***	***85 % Acide phosphorique***
Masse utilisée (g)	1,0545	2,164	0.15 mL (1.685 g/mL) * 0.85 = 0.215
Volume utilisé	---	2,000 mL	3 gts (1 mL/20 gts) = 0.15 mL
Millimoles utilisées (mmol)	7,6346 réactif limitant	21,197 réactif en excès	0.2148375 g / 97.995 g/mol = 2.19 catalyseur
		PRODUIT	
		Acide acétylsalicylique (aspirine ou AAS)	
Millimoles théoriques formées		7,634 mmol	
Masse théorique formée (rendement théorique)		7,6346 mmol * 180,158 g/mol = **1,3754 g**	
Masse Erlenmeyer + étiquète		18,288 g	
Masse Erlenmeyer + étiquète + aspirine brute		21,359 g	
Masse expérimentale de l'aspirine brute (impur)		21,3597 - 18,2885 = **3,071 g**	
Masse verre de montre + papier-filtre + étiquète		6,650 g	
Masse verre de montre + papier-filtre + étiquète + aspirine recristallisée		7.205 g	
Masse expérimentale de l'aspirine recristallisée		**0,5546 g**	
% de rendement de l'aspirine brute		223,30 % = (3,071 g/1,375 g) * 100	
% de récupération de la recristallisation		18,06 % = (0,5546 g/3,0712 g) * 100	
% de rendement de l'aspirine recristallisé		40,32 % = (0,5546 g/1,3754 g) * 100	

Calculs

Tableau 2. Observations pour la synthèse et la recristallisation de l'acide acétylsalicylique

Synthèse

- *Cristaux d'AS – blancs brillants, en forme d'aiguilles, odeur n'a pas été détectée. AS est un irritant pour les muqueuses oculaires et respiratoires.*
- *En chauffant, AS s'est complètement dissout pour produire une solution transparente et presque incolore (une très légère teinte jaune) obtenue.*
- *Après addition d'H_2O glacée, légère ébullition du mélange et l'éprouvette est devenue plus chaude – réaction exothermique !!*
- *La cristallisation a été induite en frottant une tige de verre le long de la paroi de l'erlenmeyer. La cristallisation a pris ~ environ 30 min.*
- *Cristaux d'aspirine brute humides – blancs, brillants, sous forme d'aiguilles.*

Recristallisation

- *Solution chaude et saturée presque incolore (une très légère teinte de jaune).*
- *Cristaux sont formés dans la liqueur mère, mais 2^e récolte n'a pas été effectuée.*
- *Séchage une semaine à l'air ambiant.*
- *Cristaux d'aspirine recristallisée – s, brillants, en forme d'aiguilles, avec une légère odeur de vinaigre.*

Montage utilisé pour la synthèse ou l'extraction

Présenter un dessin du montage utilisé pour la synthèse ou l'extraction en incluant une légende.

Méthodes d'analyse

Fournir les résultats de toutes les méthodes d'analyse. Diviser les résultats en sous-sections selon la méthode.

AUTRES SECTIONS D'UN RAPPORT DE LABORATOIRE

*Selon le projet, le professeure vous demandera de compléter toutes ou quelques-unes des sections suivantes : la **DISCUSSION**, la **CONCLUSION**, les **ERREURS EXPÉRIMENTALES**. Veuillez se reporter au document du projet pour plus de détails.*

EXEMPLE D'UN PRÉLAB ET D'UN RAPPORT POUR UN PROJET EXPÉRIMENTAL

RÉFÉRENCES *(noter que les sources sont présentées selon le style présenté dans le Guide méthodologique)*

1. *Williamson KL, Masters KM. Macroscale and Microscale Organic Experiments, 6e éd. Belmont (CA): Brooks/Cole Cengage Learning; 2011. Chapter 41, Acetylsalicylic Acid (Aspirin); p 529.*
2. *Schoffstall AM, Gaddis BA, Druelinger ML. Microscale and Miniscale Organic Chemistry Laboratory Experiments. 2e éd. Montréal: McGraw Hill Higher Education; 2004. Chapter 24, Phenols; p. 480.*
3. *Harwood LM, Moody CJ, Percy JM. Experimental Organic Chemistry. Standard and Microscale. 2e édition. Malden (MA): Blackwell Science Ltd., a Blackwell Publishing company; 1999. Chapitre 4, Qualitative analysis of organic compounds; p. 204*
4. *Lide DR, rédacteur en chef, Haynes WM «Mickey», éditeur associé CRC Handbook of Chemistry and Physics, 90e éd. Boca Raton: Floride; 2009.*
5. *Graham Solomons TW, Fryhle CB. Chimie organique. 7e éd. Mont-Royal (QC): Modulo Éditeur; 2000. Chapitre 18, Acides carboxyliques et dérivés; p. 718.*

RÉPONSES AUX QUESTIONS DE RÉFLEXION CRITIQUE & INFORMATION SUPPLÉMENTAIRE

Répondre aux questions données par le professeure ou fournies dans le protocole. Remettre une copie par équipe.
Cet espace est aussi réservé pour l'information supplémentaire, si nécessaire.

DOCUMENTS SUPPLÉMENTAIRES

Joindre tous les documents supplémentaires, par exemple : spectres, chromatogrammes, etc.