



U - E - S

Section d'Expertise Chimique

Objectif : On veut déterminer la nature de la poudre blanche trouvée dans le laboratoire.

I – Enquête

De l'aspirine a été trouvée chez Félicie Tassion et chez Ellie Bideau. Aude Roche, Annick Roche et Willian Jexpir sont allergiques à l'aspirine et ne prennent que du doliprane.

II – Principe

Un médicament est constitué d'un principe actif qui présente une activité thérapeutique et d'un excipient inactif d'un point de vue thérapeutique. L'excipient facilite l'absorption du principe actif et permet la mise en forme du médicament. La quantité d'excipient est liée à celle du principe actif.

Remarque: On appelle forme galénique la préparation prête à l'emploi sous laquelle se présente un médicament : gélule, comprimé, sirop, etc.

Note : le principe actif de l'aspirine est l'acide acetylsalicylique et celui du doliprane est le paracétamol. L'excipient utilisé dans les deux médicaments peut-être de l'amidon (dans 75% des comprimés d'aspirine et dans 40% des comprimés de doliprane)

Pour déterminer la nature de la poudre, on identifiera le principe actif ainsi que l'excipient qu'elle contient.

III – Mise en évidence d'un excipient

1 – Principe

L'amidon est un excipient régulièrement utilisé dans les médicaments. Il est de plus facile à identifier.

2 – Protocole

Matériel : poudre trouvée sur la scène du crime, ethanol à 95°, 2 béchers, entonnoir, papier filtre, eau iodée.

Manipulation :

- Dissoudre la poudre dans 10 mL d'éthanol,
- Filtrer,
- Verser quelques gouttes d'eau iodée sur le solide recueilli dans le filtre ainsi que dans le filtrat.
- Faire un témoin sur le filtre non utilisé.

3 – Interprétations

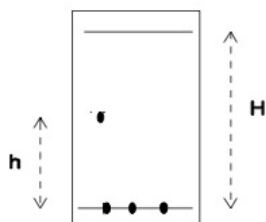
- Analyser les résultats obtenus et conclure quant à la nature de l'excipient contenu dans la poudre

IV – Identification du principe actif par chromatographie

1 - Quelques données concernant la chromatographie sur couche mince (CCM)

La chromatographie permet de séparer et d'identifier les espèces chimiques présentes dans un mélange. Cette méthode est basée sur la différence de solubilité d'une substance dans deux solvants différents. L'un des solvants lié au support est appelé phase fixe (ex : silice (SiO₂) déposée en gel sur une plaque d'aluminium). L'autre, appelé phase mobile, est constitué d'un éluant (mélange de solvants liquides) qui monte par capillarité le long du support fixe en entraînant les composés du mélange déposés sur la plaque à des vitesses différentes. On obtient ainsi leur séparation. Pour les espèces incolores on doit procéder à une révélation (UV ; permanganate ; ...)

Le rapport frontal est le quotient de la distance parcourue par le composé (h) par la distance parcourue par l'éluant soit : $R_f = h / H$ avec toujours : $R_f < 1$



Principe d'une CCM

Le rapport frontal dépend du composé, de l'éluant et de la nature de la phase fixe. Mais il reste le même que le composé soit pur, dilué ou qu'il soit dans un mélange. Le rapport frontal étant difficilement reproductible, il faut donc disposer d'un échantillon témoin que l'on met aussi sur la plaque.

2 – Protocole

Matériel : plaque à chromatographie sensible aux UV, tubes capillaires, cuve à chromatographie, éluant (un mélange de 6 mL d'acétate de butyle, 4 mL de cyclohexane et 1 mL d'acide formique) , poudre trouvée sur la scène de crime, aspirine pure (acide acétylsalicylique), paracétamol pur, lampe à UV, Solution décimolaire de permanganate de potassium, bocal contenant des vapeurs de diiode.

Manipulation :

On procède à une chromatographie sur couche mince (C.C.M) :

- Préparer la cuve à chromatographie en utilisant l'éluant mis à votre disposition puis la fermer pour que le mélange de solvants sature la cuve.
- Préparer les solutions suivantes (fait par Rodolphe) :
 - ⇒ Dans une coupelle verser 1 mL d'acétate de butyle et y ajouter une pointe de spatule de poudre à identifier.
 - ⇒ Préparer de la même façon une solution d'aspirine de référence ;
 - ⇒ Préparer aussi une solution de paracétamol ;
- Préparer une plaque à chromatographie (trait de dépôt à 0,5 cm du bord) et y déposer une goutte de chacune de ces solutions (le dépôt s'effectue coté mat. Attention à ne pas toucher ce coté avec les doigts);
- Placer la plaque bien droite dans la cuve à chromatographie en veillant à ce que le niveau de l'éluant ne touche pas le trait de dépôt).
- Après quelques minutes (5 à 10 minutes) retirer la plaque, repérer le front du solvant et sécher la plaque.
- Révéler le chromatogramme à l'aide d'une lampe UV.
- Entourer les taches obtenues

3 – Interprétations

- Analyser les résultats obtenus et conclure quant à la nature chimique du principe actif contenu dans la poudre

Synthèse

- Vous consignerez vos résultats dans votre rapport d'expertise. (vous pouvez y inclure des photos)