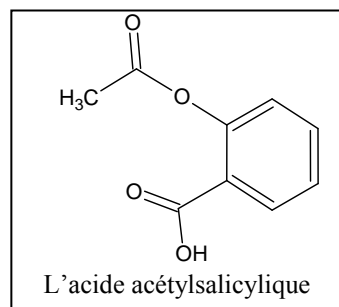


**TP : 18-c**

**DOSAGE pH-METRIQUE DE L'ASPIRINE**

**Objectif :** déterminer la masse d'**acide acétylsalicylique**, plus connu sous le nom d'**aspirine**, dans un comprimé d' « Aspirine du Rhône 500 », et la comparer à l'indication de l'étiquette .



**I. Principe du dosage.**

Un comprimé d'Aspirine du Rhône 500 est dissous dans de l'eau distillée. Un extrait de cette solution est dosé par une solution d'hydroxyde de sodium de concentration connue.

**II. Mode opératoire.**

**1) Préparation de la solution d'aspirine**

- Broyer soigneusement un comprimé d'aspirine dans un mortier et introduire toute la poudre obtenue dans une fiole jaugée de **500,0 mL**.
- Rincer le mortier avec de l'eau distillée, récupérer dans la fiole cette eau de rinçage, puis ajouter environ **400 mL** d'eau distillée. Boucher et agiter énergiquement à la main jusqu'à dissolution quasi-totale.
- Compléter avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge, boucher et homogénéiser. Ajouter un barreau aimanté et agiter environ 10 minutes avec un agitateur magnétique.

Soit S la solution obtenue,  $V_S = 500,0 \text{ mL}$  son volume et  $C_S$  sa concentration en acide acétylsalicylique.

- Calculer, en  $\text{g.L}^{-1}$ , la concentration massique  $t_S$  en acide acétylsalicylique de la solution S.
- La solubilité de l'acide acétylsalicylique dans l'eau à  $25^\circ\text{C}$  est  $3,4 \text{ g.L}^{-1}$ . Tout l'acide acétylsalicylique a-t-il été dissout ? Justifier.

**Remarque :** s'il reste des particules en suspension, il s'agit des excipients non dissous du comprimé.

**2) Réalisation du dosage**

Réaliser le titrage pH métrique par la solution de soude à  $5,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ .

Tracer la représentation graphique de l'évolution du pH en fonction du volume  $V_b$  de solution titrante.

- Dans un deuxième temps mettre en œuvre un protocole expérimental pour doser, par colorimétrie, **100,0 mL** de la solution S avec une solution d'hydroxyde de sodium de concentration:  $C_B = 0,050 \text{ mol.L}^{-1}$ . Faire deux dosages concordants.

**Données :** un dosage pH-métrique de la solution S donne un pH à l'équivalence égal à 7,2.

Indicateurs colorés:

- hélianthine: zone de virage [3,1 – 4,4]
- bleu de bromothymol: zone de virage [6,0 – 7,6]
- phénolphthaléine: zone de virage [8,2 – 10]

**III. Résultats.**

- Faire un schéma annoté du dosage
- Quelle est la formule brute de l'aspirine ? Calculer sa masse molaire.
- L'aspirine est l'acide du couple acide acétylsalicylique/ion acétylsalicylate de  $\text{pK}_A = 3,75$ . Ecrire le symbole de ce couple et la formule semi-développée de l'ion acétylsalicylate.
- L'aspirine est notée AH pour simplifier. Donner l'équation-bilan du dosage.
- Déterminer graphiquement le point d'équivalence du dosage et en déduire le volume équivalent  $V_{BE}$ .
- En déduire la concentration en aspirine de la solution S et la quantité de matière d'aspirine contenu dans sa totalité.
- Calculer la masse d'aspirine contenue dans le comprimé d'après l'expérience.
- Lire l'étiquette. Qu'est-ce qu'un excipient ? Nommer les excipients de ce comprimé. Quelle propriété doivent-ils posséder pour que le dosage réalisé soit valable ?
- Comparer le résultat de l'expérience à l'indication de l'étiquette. En déduire la précision de l'étude expérimentale. Justifier le nom donné à ce médicament : « Aspirine 500 »
- Que se passerait-il si on réalisait le dosage avec une solution de soude tiède ou chaude ? Donner la réaction.
- Donner l'expression de la constante d'équilibre K de la réaction du dosage en fonction des concentrations puis l'exprimer en fonction des  $\text{pK}_A$  des 2 couples concernés. (on rappelle le produit ionique de l'eau  $\text{pK}_e = 14$ ).

## Dosage de l'aspirine contenue dans un comprimé – Matériel

---

### PAR GROUPE D'ÉLÈVES:

- mortier +pilon
- entonnoir à solide
- pissette d'eau distillée
- fiole jaugée de 250 mL et de 100 mL
- pipette jaugée de 20 mL
- pHmètre
- solutions tampons pH=4 et pH=7
- papier joseph
- agitateur magnétique
- barreau aimanté
- burette graduée
- erlenmeyer de 250 mL
- phénolphthaléine
- BBT
- Hélianthine
- 3 pots, 1 bécher
- pipette plastique

### AU BUREAU

- comprimés d'Aspirine du Rhône 500 ,la boîte et la **notice** ( 35 comprimés /classe)
- solution de soude  $5,0 \cdot 10^{-2}$  mol/L (100 mL par binôme)
- eau distillée

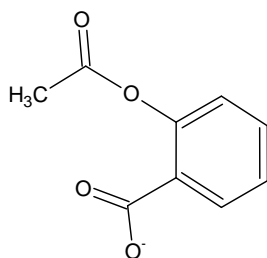
### Correction.

#### I. suivi pHmétrique

1. La formule brute de l'aspirine est  $C_9H_8O_4$ . Sa masse molaire est  $M=12.9+8+16.4=108+8+64=180 \text{ g.mol}^{-1}$ .

2.  $C_9H_8O_4 / C_9H_7O_4^-$ .

Formule chimique de l'ion acétylsalicylate :



3.  $AH + OH^- = A^- + H_2O$

4. Par la méthode des tangentes ou le tracé de la dérivée du pH par rapport au volume, on détermine :

- pH à l'équivalence :  $pH_E=8,3$

- Volume à l'équivalence :  $V_E=21,5 \text{ mL}$

5. D'après l'équation bilan, à l'équivalence  $n_{OH^-}=n_{\text{aspirine}}$  donc  $c_b \cdot V_E=c \cdot V$

$$\text{D'où } c = \frac{c_b \cdot V_E}{V} = \frac{10^{-2} \cdot 21,5}{20} = 1,075 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$$

Le comprimé a été dissout dans un volume  $V'=250 \text{ mL}$ , on a donc  $n_{\text{aspirine}}=c \cdot V'=1,075 \cdot 10^{-2} \cdot 0,25=2,7 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$

6. De la relation  $n = \frac{m}{M}$ , on en déduit  $m=n \cdot M=2,7 \cdot 10^{-3} \cdot 180=484 \text{ mg}$

7. Excipient : c'est une espèce chimique qui est contenu dans un médicament mais qui n'est pas le principe actif, c'est-à-dire la molécule qui va soigner le mal (cela peut être un colorant, un goût sucré, de la cellulose pour former une gélule plastique...)

8. Aspirine 500 indique qu'il y a 500mg d'aspirine dans le comprimé. Nous trouvons 484mg (soit une erreur de 3%) en raison certainement de la dissolution difficile de l'aspirine dans l'eau.

9. Si on utilisait une solution de soude chaude, il y aurait une réaction de saponification car l'aspirine contient une fonction ester.

#### II. Dosage colorimétrique

Volume équivalent :  $V_E=13,9 \text{ mL}$  avec une solution de soude à  $0,2 \text{ mol.L}^{-1}$

$N_{\text{soude}}=n_{\text{aspirine}}=13,9 \cdot 10^{-3} \cdot 0,2=2,78 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$ .

La masse d'aspirine est donc  $m=n \cdot M=2,79 \cdot 10^{-3} \cdot 180=500,4 \text{ g}$  (écart relatif de 0,8%)

Les résultats obtenus sont bien meilleurs que celui avec le suivi pHmétrique car l'aspirine est plus soluble dans un milieu basique qu'acide. Au fur et à mesure de l'ajout de soude, le pH augmente et on obtient ainsi une meilleure dissolution de toute l'aspirine contenue dans le comprimé. Dans le suivi pHmétrique, cette dissolution totale n'est observée que pour les 20mL de solution.