

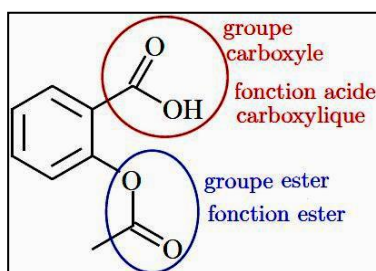
**CONTRÔLE DE QUALITÉ PAR DOSAGE pH-MÉTRIQUE**  
**DU PRINCIPE ACTIF ACIDE ACÉTYLSALICYLIQUE**  
**DANS L'ASPIRINE**

**A- Quelques informations sur l'aspirine**

**L'aspirine :**

L'aspirine est un médicament antipyrétique, anti-inflammatoire et analgésique ; il est également utilisé, sous faible dosage, pour ses propriétés anticoagulantes. Le principe actif de l'aspirine est l'acide acétylsalicylique.

**Acide acétylsalicylique:**



T° fusion	135 °C
T° ébullition	140 °C
pK <sub>A</sub>	3,5
Solubilité	2,5 g.L <sup>-1</sup> (eau, 15 °C)
	4,6 g.L <sup>-1</sup> (eau, 25 °C)
	200 g.L <sup>-1</sup> (éthanol, 25 °C)

En 1860, le chimiste allemand Hermann Kolbe réussit la synthèse chimique de l'acide salicylique à partir du phénol (hydroxybenzène), utilisé alors pour ses propriétés antiseptiques, mais son acidité irrite le tube digestif. C'est seulement en 1897 que Félix Hoffmann (jeune chimiste allemand) qui, en octobre 1897, trouve un composé voisin, l'acide acétylsalicylique qui, lui, est bien supporté par l'organisme.

L'acide acétylsalicylique, C'est un acide faible, dont la base conjuguée est l'anion acétylsalicylate. L'acide acétylsalicylique est obtenu par acétylation de l'acide salicylique. Son nom vient du latin *salix* « saule ».

**B- Principe**

On dose l'**acide acétylsalicylique** présent dans l'aspirine (dissous dans de l'eau distillée) par des ions hydroxyde OH<sup>-</sup> contenus dans une solution de soude (d'hydroxyde de sodium ; Na<sup>+</sup> + OH<sup>-</sup>). La solution de soude a une concentration en ions hydroxyde C(OH<sup>-</sup>) = C<sub>S</sub> = 5,00 × 10<sup>-2</sup> mol/L.

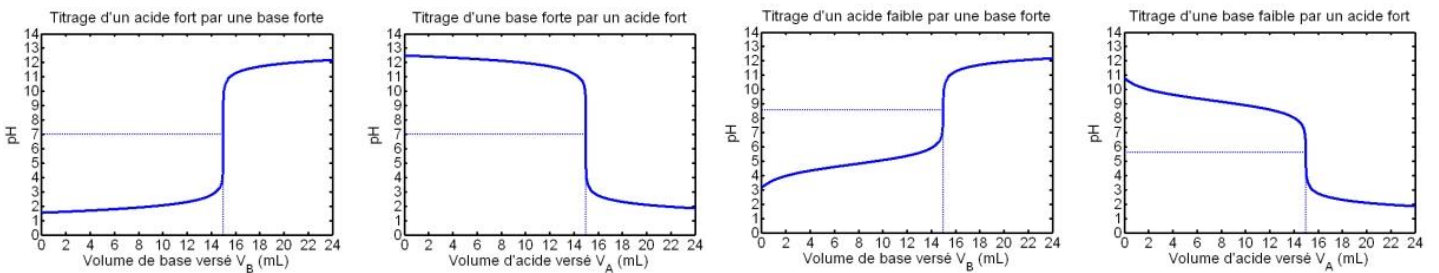
**Titration direct par pH-métrie :**

Un titrage pH-métrique consiste à suivre l'évolution du pH de la solution titrée au cours de l'ajout de la solution titrante. La réaction support du titrage est une réaction acido-basique entre un couple titrant et un couple titré.

**Courbe de titrage :**

La courbe de titrage pH-métrique est la courbe  $pH = f(V_{Sol. \text{ titrante versée}})$  donnant les variations du pH en fonction du volume de solution titrante versée.

Les courbes de titrage ont les formes suivantes :

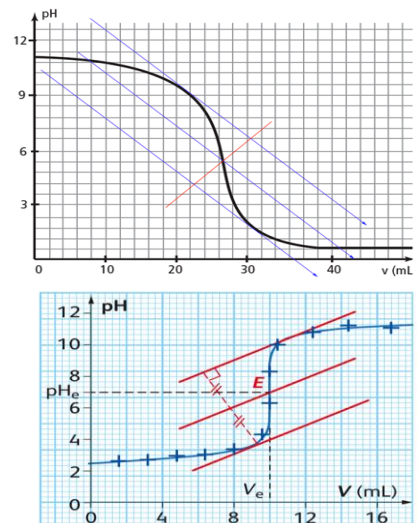
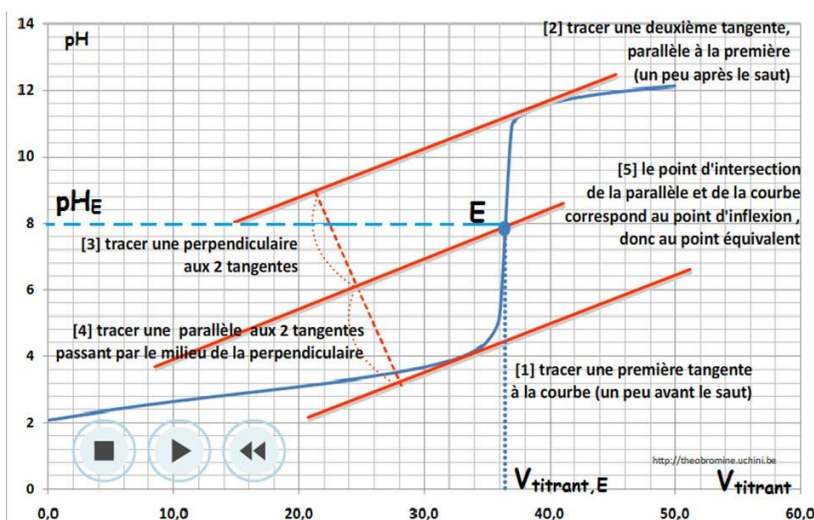


**Équivalence :**

À l'équivalence, la quantité de matière de l'espèce titrée et la quantité de matière de l'espèce titrante ont été mélangées et ont réagi dans les proportions stœchiométriques de l'équation de la réaction support du titrage, c'est-à-dire que le réactif titré et le réactif titrant sont limitants.

L'équivalence est repérée expérimentalement lorsqu'il se produit une brusque variation du pH, appelée « saut de pH ».

On peut déterminer expérimentalement les coordonnées du point d'équivalence sur la courbe de titrage par la méthode des tangentes:



## D- Objectif

On se propose ici de déterminer la masse d'acide acétylsalicylique contenu dans un comprimé d'aspirine par dosage pH-métrique à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium et de la comparer à l'indication sur la boîte.

## E- Matériel et produits

### Matériel :

- Mortier + Pilon.
- Entonnoir
- Fiole jaugée de 100 mL (Pour : Aspirine).
- Bêchers (Pour : Aspirine, Déchets, Thiosulfate).
- Burette graduée (Pour : Hydroxyde de sodium).
- Erlenmeyer (Pour : Mélange de dosage) + Barreau aimanté.
- Agitateur magnétique.
- pH-mètre étalonné.
- Pissette d'eau distillée.

### Produits:

- Comprimés d'Aspirine 100 mg, la boîte et la notice.
- Solution d'hydroxyde de sodium de concentration molaire  $5,00 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$ .
- Eau distillée.

## F- Mode opératoire

### Dissolution du comprimé d'aspirine (solution à titrer/à doser) :

- *Broyer soigneusement un comprimé d'aspirine (100 mg) dans un mortier et introduire toute la poudre obtenue dans une fiole jaugée de 100 mL.*
- *Rincer le mortier avec de l'eau distillée, récupérer dans la fiole cette eau de rinçage, puis ajouter environ 60 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 afin de dissoudre le comprimé.*

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

### Préparation de la solution titrante (solution de soude de concentration connue) :

- Placer le bécher à déchets sous la burette et la rincer avec la solution de soude.
- Remplir la burette, préalablement conditionnée, avec la solution aqueuse de soude ( $\text{Na}^+ (\text{aq}) + \text{OH}^- (\text{aq})$ ) de concentration molaire de soude en ions hydroxyde  $C(\text{OH}^-) = C_S = 5,00 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$  et ajuster le niveau à zéro.

### Réalisation du dosage :

- À l'aide d'une pipette jaugée, prélever un volume  $V_A = 20,0 \text{ mL}$  de la solution A d'aspirine de concentration molaire  $C_A$  et les introduire dans un erlenmeyer + barreau aimanté.
- Disposer l'erlenmeyer sur l'agitateur magnétique.
- Placer l'erlenmeyer avec l'agitateur magnétique sous la burette puis placer la sonde du pH-mètre sur son support et la plonger dans l'échantillon (prise d'essai) de la solution A, et mettre en marche l'agitation adaptée (il faut éviter les projections sur les parois de l'erlenmeyer).
- Mesurer le pH initial de la solution A (pour un volume de soude  $V_{Si} = 0 \text{ mL}$ ).
- Verser la solution de **soude** 0.5 mL par 0.5 mL et noter le pH pour chaque volume de soude versé avant et après l'équivalence mais « **resserrer** » les versements **au voisinage de l'équivalence**, c'est à dire pour  $V_E - 1 \text{ mL} < V_{\text{sol. titrante versée}} < V_E + 1 \text{ mL}$ .
- Continuer à verser la solution de **soude** jusqu'à ce que le pH de la solution devienne plus **basique**.

## G- Travail demandé

1. Schématisez le montage expérimental.
2. Quelle est la formule brute de l'aspirine ? Calculer sa masse molaire moléculaire.
3. L'aspirine est l'acide du couple acide acétylsalicylique/ion acétylsalicylate de  $\text{p}K_A = 3,5$  :
  - Écrire ce couple et donner la formule semi-développée de l'ion acétylsalicylate.
  - Établir l'équation de la réaction support du titrage (on pourra utiliser la notation AH pour l'aspirine).
4. Tracer la représentation graphique de l'évolution du pH en fonction du volume  $V_S$  de solution titrante.
5. Déterminer graphiquement le point d'équivalence du dosage et en déduire le volume équivalent  $V_{SE}$ .
6. En déduire la concentration molaire en aspirine de la solution S et la quantité de matière d'aspirine contenue dans sa totalité.
7. En déduire la masse d'aspirine contenue dans le comprimé d'après l'expérience.
8. Comparer le résultat de l'expérience à l'indication de l'étiquette.
9. Calculer l'erreur relative entre le taux théorique et le taux pratique. Justifier le nom donné à ce médicament : « Aspirine 100 mg » ?