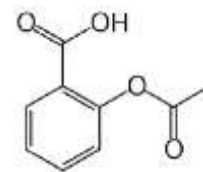


## Titrage de l'aspirine par dosage Suivi pH-métrique et colorimétrie

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, de formule brute  $C_9H_8O_4$  ( $M = 180 \text{ g.mol}^{-1}$ ).



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



Le laborantin d'une firme pharmaceutique est chargé de vérifier la qualité du produit et doit, entre autres, vérifier l'indication « Aspirine 500 » : **la masse d'acide acétylsalicylique contenue dans un comprimé est-elle conforme à l'indication portée sur la boîte ?**

Principe actif .....	acide acétylsalicylique 500 mg par comprimé
Excipients .....	amidon de maïs, poudre de cellulose granulée.

### 1 – Préparation de la solution à titrer

La solubilité de l'aspirine est de  $3,3 \text{ g.L}^{-1}$  à  $25^\circ\text{C}$  et augmente avec la température.

On souhaite préparer 250 mL d'une solution aqueuse  $S_A$  d'acide acétylsalicylique à partir d'un comprimé d'aspirine.

 Rédiger le protocole expérimental de cette dissolution.

Le volume est-il suffisant pour dissoudre tout l'acide acétylsalicylique du comprimé ?

*Nous préparerons une solution  $S_A$  pour une rangée de paillasses.*

### 2 – Titrage de la solution

- Rincer la burette graduée avec une solution  $S_B$  d'hydroxyde de sodium ( $\text{Na}^+(\text{aq}) + \text{HO}^-(\text{aq})$ ) de concentration en soluté apporté  $C_B = 1,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$  puis la remplir avec cette solution. Ajuster le zéro à l'aide du robinet.
- Rincer une pipette jaugée de 10 mL munie d'un pipeteur avec la solution  $S_A$  puis prélever  $V_A = 10,0 \text{ mL}$  de solution  $S_A$  et l'introduire dans un bécher.
- Après avoir introduit un barreau aimanté, placer le becher sur un agitateur magnétique pour agitation régulière.
- Le pH-mètre étant préalablement étalonné, plonger la sonde pH-métrique dans la solution ; vérifier qu'elle est complètement immergée sans toucher le turbulent (ajouter éventuellement de l'eau distillée). Noter la valeur initiale du pH.
- Ajouter la solution  $S_B$ , d'abord mL par mL puis tous les 0,2 mL lorsque les variations de pH deviennent importantes. A chaque ajout, noter la valeur du pH de la solution et les consigner dans un tableau.

 Faire un schéma complet et légendé du montage.

### 3 – Détermination du point équivalent

1. A l'aide d'un tableur ou sur papier millimétré/quadrillé, tracer sur un même graphe la courbe  $\text{pH} = f(V_B)$  et (sous tableur uniquement) la courbe dérivée  $\frac{d\text{pH}}{dV_B} = f(V_B)$ .
2. Déterminer graphiquement le point équivalent E du titrage.

Méthode géométrique : les tangentes parallèles

- Tracer 2 tangentes à la courbe  $\text{pH} = f(V_B)$ , parallèles entre elles et situées avant et après le saut de pH.
- Tracer ensuite la parallèle à ces 2 tangentes équidistante de celles-ci. Son intersection avec la courbe donne le point équivalent E de coordonnées  $(V_{BE}; \text{pH}_E)$ .

Méthode analytique : la dérivée  
Comment évolue la courbe dérivée ? En déduire une détermination du point équivalent.

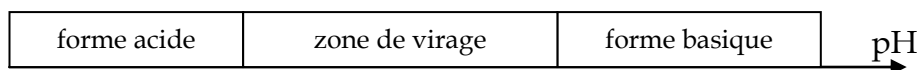
### 4 – Exploitation du titrage

1. Ecrire l'équation de la réaction support du titrage. On notera  $\text{AH}_{(\text{aq})}/\text{A}^{-}(\text{aq})$  le couple relatif à l'acide acétylsalicylique.
2. Etablir un tableau d'avancement correspondant à l'équivalence du titrage.
3. Définir l'équivalence ; en particulier, quelle relation peut-on écrire entre  $n(\text{HO}^-)_E$  et  $n(\text{AH})_i$  ? Justifier.
4. En déduire une relation entre  $n(\text{AH})_i$ ,  $C_B$  et  $V_{BE}$ . Calculer  $n(\text{AH})_i$ .
5. Déterminer la quantité  $n(\text{AH})$  présente dans les 250 mL de la solution aqueuse  $S_A$ .
6. En déduire la masse  $m$ , exprimée en mg, d'acide acétylsalicylique contenu dans un comprimé.
7. Comparer la masse  $m$  obtenue et l'indication portée sur la boîte. Calculer l'écart relatif ; identifier les principales sources d'erreurs responsables de cet écart.

### 5 – Une deuxième méthode de titrage : la colorimétrie

Le dosage peut également être fait par colorimétrie, à l'aide de quelques gouttes d'un indicateur coloré judicieusement choisi.

Un indicateur coloré est un couple acide-base dont les formes acide et basique ont deux couleurs différentes. Ainsi, selon le pH de la solution dans laquelle l'indicateur est versé, l'une ou l'autre des formes prédomine, selon le diagramme suivant.



Les zones de virage de trois indicateurs courants sont données ci-dessous.

	couleur acide	zone de virage	couleur basique
<b>hélianthine</b>	rouge	3,1 - 4,4	jaune
<b>bleu de bromothymol</b>	jaune	6,0 - 7,6	bleu
<b>phénolphtaléine</b>	incolore	8,2 - 10,0	rose

1. La zone de virage de l'indicateur approprié doit comprendre le pH à l'équivalence du titrage. Quel est ici l'indicateur utilisable ?
2. Réaliser le titrage colorimétrique et comparer le résultat avec celui obtenu par titrage pH-métrique.