

# Travaux Pratiques de Chimie Analytique II (L3)



*Dr. Nassima*

*BENMANSOUR*

Dr. Nassima BENMANSOUR

Université Abou Bekr Belkaid  
TLEMCEM

Faculté Des Sciences

Département De Chimie

Email : Benmansour.  
sm@gmail.com

1.0

Mars 2024

# Table des matières

<b>I - TP N°2 : Dosage de l'aspirine contenue dans un comprimé pharmaceutique</b>	<b>3</b>
1. Objectifs du TP : .....	3
2. Rappel .....	4
2.1. Description .....	4
2.2. Dosage acido-basique .....	4
3. Introduction à la manipulation .....	6
4. Mode opératoire .....	7
4.1. Préparation de la solution d'aspirine S .....	7
4.2. Dosage par pH-métrie .....	7
5. Résultats et questions .....	7
6. CR (Compte Rendu) .....	9
6.1. Exercice : .....	9
<b>Solutions des exercices</b>	<b>10</b>
<b>Glossaire</b>	<b>12</b>
<b>Abréviations</b>	<b>13</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>14</b>

# I TP N°2 : Dosage de l'aspirine contenue dans un comprimé pharmaceutique

## 1. Objectifs du TP :

Objectifs de ce TP est formé les étudiants sur :

- L'utilisation d'un titrage par suivi pH-métrique
- Le traçage de la courbe de titrage (pH en fonction du volume ajouté)
- La détermination graphiquement le point d'équivalence par l'application de la méthode des tangentes

## 2. Rappel

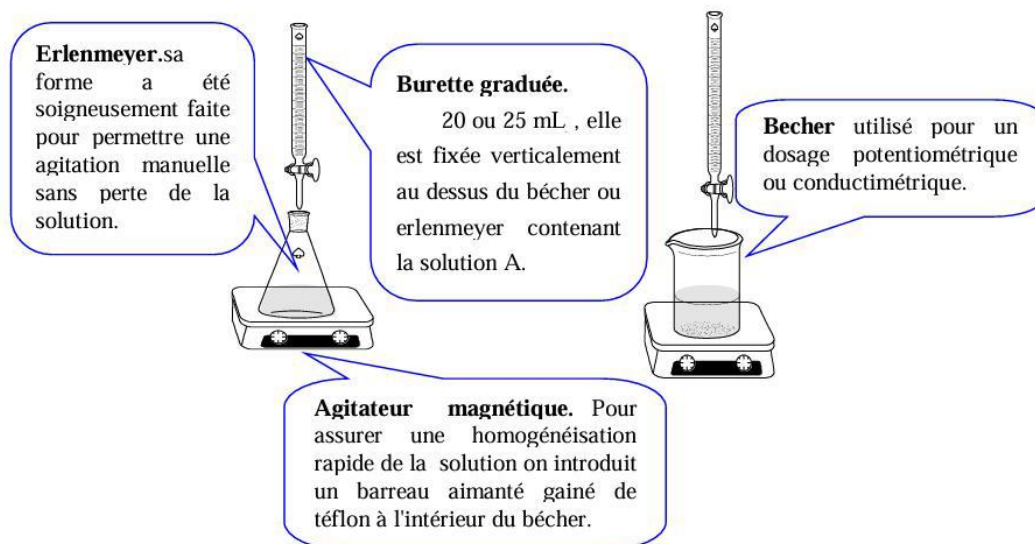
### 2.1. Description

Le dosage est une technique volumétrique de l'analyse quantitative permettant la détermination de la concentration d'une solution inconnue, dans un échantillon, déduite de la mesure du volume d'une autre solution de concentration connue. Elle est basée sur la stœchiométrie d'une réaction chimique quelconque . [3] [4]\*\*



Pour une solution A de concentration inconnue  $C_A$ , le dosage volumétrique permet de déterminer  $C_A$  par une réaction totale entre la solution A et la solution B. Expérimentalement, on ajoute progressivement goutte à goutte un volume  $V_B$  de la solution B de concentration connue  $C_B$ , dans une solution A de volume  $V_A$  connu. L'équivalence a lieu lorsque les réactifs ont été mélangés dans les proportions stœchiométriques.  $V_e$  appelé volume équivalent est le volume de solution B versé pour atteindre l'équivalence. La concentration  $C_A$  se déduit de la relation bilan relative au dosage :  $N_A$

$$V_A = N_B V_B [4]^*$$



*Matériels et équipements utilisés pour le dosage*

### 2.2. Dosage acido-basique

Doser une solution aqueuse d'un acide ou d'une base, c'est déterminer sa concentration en réalisant une réaction acide-base. La réaction de dosage doit être rapide, totale et facile à suivre.

Tout dosage volumétrique d'une solution A par une solution B repose sur la détermination du point d'équivalence ( $PE^*$ ). Ce dernier est atteint lorsque le nombre initial d'équivalents de la solution A aura réagi avec un nombre égal d'équivalents de la solution ajoutée B ( $n_A = n_B$ ).

Dans les dosages acido-basiques,  $PE^*$  peut être obtenu par :

### 2.2.1. Colorimétrie : Changement de couleur d'un indicateur coloré

Lors d'un dosage acido-basique, de la solution acide A par une solution base B (ou inversement), les solutions sont généralement incolores, à l'équivalence, il n'y a aucun changement de couleur, c'est pour ça, on utilise alors un indicateur coloré, une substance chimique colorée qui change de couleur en présence de la solution A ou B.

Un indicateur coloré acido-basique correspond à un couple acide-base  $\text{HIn}/\text{In}^-$  dont les formes acides et basiques ont des couleurs différentes. Chaque indicateur est caractérisé par une zone de  $\text{pH}^*$  où il change de couleur : zone de virage. Pour qu'un indicateur soit adéquat dans la détermination de PE il suffit que sa zone de virage englobe la valeur de  $\text{pH}$  de PE.

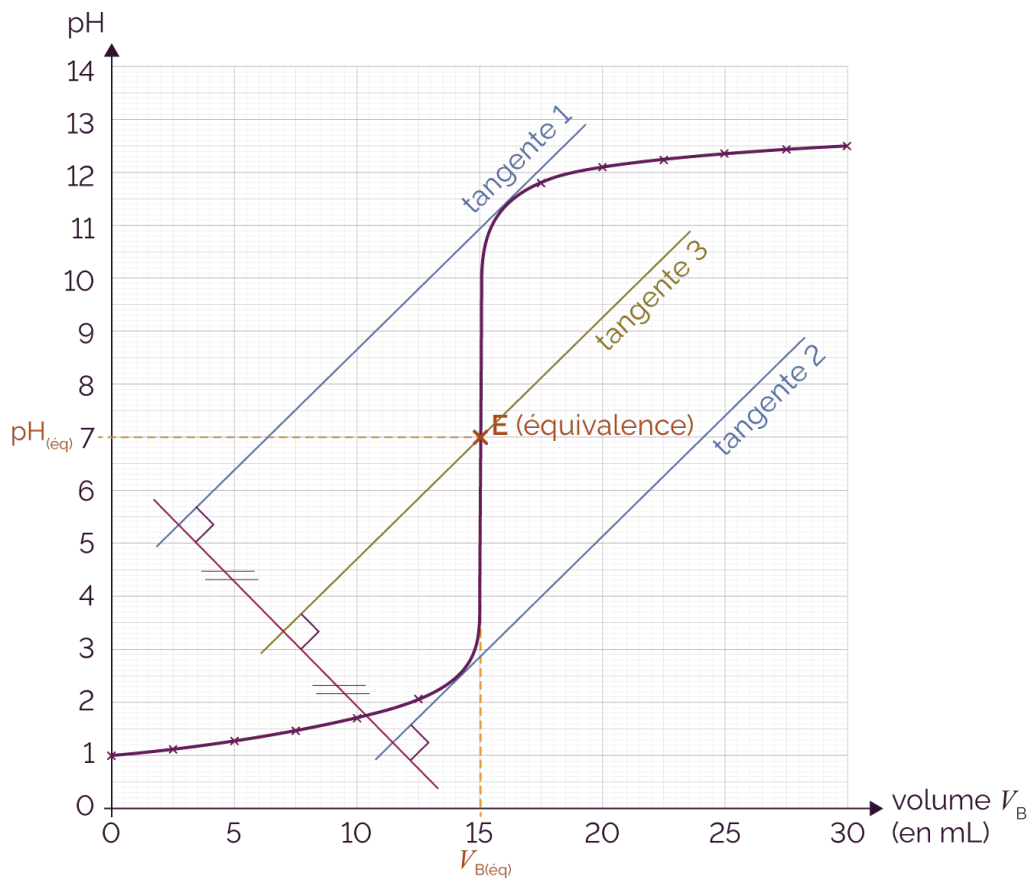
Indicateur	Teinte de la forme acide $\text{HIn}$ -	Zone de virage	Teinte de la forme basique $\text{In}^-$
Hélianthine	Rouge	3,1 - 4,4	Jaune
Bleu de bromothymol	Jaune	6,0 - 7,6	Bleu
Phénophtaléine	Incolore	8,2 - 10,0	Rose
Vert de bromocresol	Jaune	3,8 - 5,4	Bleu
Bleu de thymol	Rouge	1,2 - 2,8	Jaune
Rouge de chlorophenol	Jaune	4,8 - 6,4	Rouge
Thymolphthaléine	Incolore	9,3 - 10,5	Bleu

*Les indicateurs colorés les plus utilisés*

### 2.2.2. pH-métrie : c'est le suivi de l'évolution du pH au cours de la neutralisation

Au cours de ce titrage, on étudie la **variation de pH** de la solution titrée acide au fur et à mesure que la solution de base titrant de concentration connue est versée. On va obtenir un **saut de pH** qui va nous permettre de retrouver indirectement la concentration en quantité de matière recherchée.

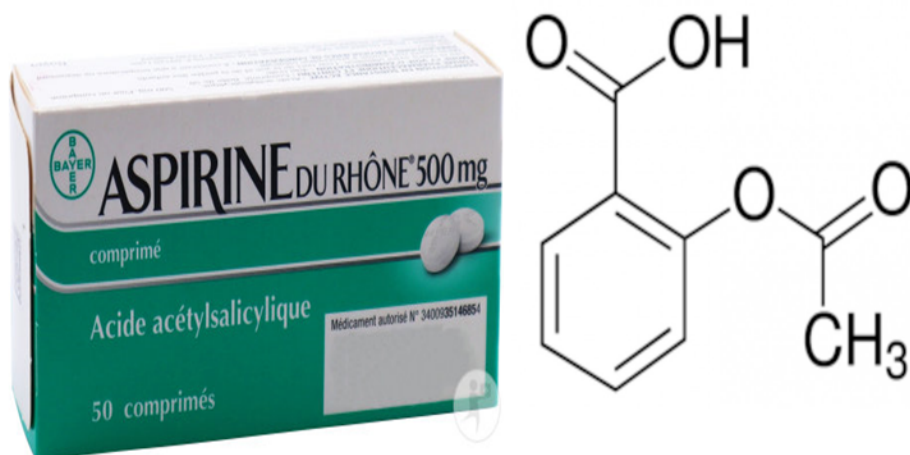
- Pour déterminer le **saut de pH**, on peut utiliser la méthode des tangentes parallèles. [3]<sup>\*</sup>



Méthode des tangentes parallèles

### 3. Introduction à la manipulation

Il s'agit de déterminer la masse d'acide acétylsalicylique (aspirine) contenue dans un comprimé. L'étiquette du produit pharmaceutique indique 500 mg d'aspirine par comprimé.



Le comprimé est dissous dans de l'eau distillée. Une prise d'essai de la solution obtenue, est ensuite dosée par une solution d'hydroxyde de sodium de concentration connue.

## 4. Mode opératoire

### 4.1. Préparation de la solution d'aspirine S

Broyer soigneusement un comprimé d'aspirine dans un mortier. Transférer la poudre obtenue (aussi quantitativement que possible) dans une fiole jaugée de 250 mL. Il est recommandé d'utiliser de l'eau distillée tiède pour faciliter la dissolution de la poudre.

Cette solution vous sera fournie en raison de manque de temps.

### 4.2. Dosage par pH-métrie

- On utilisera une solution de soude (**NaOH**) ~ 0,05 eq. g/L. Un étalonnage permettrait de connaître la concentration exacte ( $C_B$ ).
- L'étalonnage ne sera pas fait dans ce TP et la valeur de  $C_B$  vous sera communiquée.
- remplissez la burette avec la solution de soude.
- Placer 50 mL de la solution S dans un bécher muni de barreau magnétique. Régler l'agitation.
- Introduire l'électrode combinée et si nécessaire, ajouter de l'eau distillée pour assurer une immersion convenable.
- Verser la soude par pas de 1 mL et noter le pH. Lorsque le pH atteint 4, procéder à des additions par pas de 0,1 mL (toutefois, si la valeur de pH ne change pas, il sera inutile de noter les valeurs).
- Arrêter quand le pH atteint 11.

#### Remarque

---

En respectant les consignes expliquées en L2 sur la préparation de la burette :

- Rincer la burette avec l'espèce chimique qu'elle contiendra.
- Remplir la burette en dépassant le zéro.
- Vérifier que le tube sous le robinet ne contient pas de bulles d'air (si non, la faire partir en ouvrant le robinet).
- Ajuster le zéro de la burette.

#### Complément

---

Cf. ""

## 5. Résultats et questions

- Quelle est la formule chimique de l'aspirine ? Calculer sa masse molaire.
- L'aspirine est l'acide du couple acétylsalicylique/ion acétylsalicylate ( $pK_a^* = 3,7$ ). Écrire 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.
- Tracer la courbe de titrage  $pH = f(VB)$ , en respectant les consignes données en L2.
- Déterminer graphiquement le point d'équivalence du dosage et en déduire le volume équivalent.
- En déduire la concentration en aspirine contenue dans le comprimé d'après chaque expérience.
- Comparer le résultat obtenu à l'indication de l'étiquette.

### *Attention*

---

Les comparaisons se font toujours en pourcentage d'écart  $= \frac{(- \text{valeur expérimentale})}{\text{valeur théorique}}$  ; 5% d'écart étant généralement une valeur acceptable.

### *Complément*

---

Cf. ""



## 6. CR (Compte Rendu)

### 6.1. Exercice :

 **REMARQUE :** Tout calcul doit être procéder dans l'ordre application littérale puis numérique et enfin valeur numérique.

1. L'aspirine est notée AH pour simplifier

#### Question 1

[solution n°1 p.10]

Donner l'équation bilan du dosage ,ne donnez pas le bilan de matière

2. Les valeurs expérimentales sont consignées dans le tableau suivant :

$V_b$ (mL)	pH	$V_b$ (mL)	pH	$V_b$ (mL)	pH	$V_b$ (mL)	pH	$V_b$ (mL)	pH
0	2,8	8	3,9	11,8	5	12,6	9,8	13,7	11,1
1	2,9	9	4,1	11,9	5,1	12,7	10,4	14	11,2
2	3,2	10	4,4	12	5,2	12,8	10,5	14,1	11,3
3	3,4	10,4	4,5	12,1	6,4	12,9	10,6	14,5	11,4
4	3,5	10,6	4,6	12,2	6,8	13	10,7	15	11,5
5	3,5	11	4,7	12,3	7,6	13,2	10,8	16,5	11,6
6	3,6	11,3	4,8	12,4	8,3	13,3	10,9	17,5	11,7
7	3,8	11,5	4,9	12,5	9,2	13,5	11		

#### Question 2

[solution n°2 p.10]

a) Tracer la courbe de titrage  $\text{pH} = f(V_b)$ , sur papier millimétré

b) Déterminer graphiquement le point d'équivalence (P.E.) du dosage. (Les coordonnées de P.E. doivent être matérialisées sur le graphe puis indiquées ci-dessous.

3. Sachant que la concentration  $C_B$  de  $\text{N}_a\text{OH}$  est de  $4,43 \cdot 10^{-2} \text{ mol/L}$

#### Question 3

[solution n°3 p.10]

a) déduire la concentration molaire  $C_{AH}$  en aspirine (AH) dans la solution préparée.

#### Question 4

[solution n°4 p.10]

b) Déduire  $m$  : masse d'aspirine en mg, contenue dans le comprimé

#### Question 5

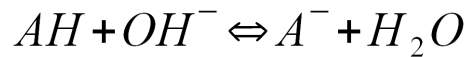
[solution n°5 p.11]

c) Comparer  $m$  à la masse indiquée par le fabricant. La comparaison se fait en pourcentage d'écart

# Solutions des exercices

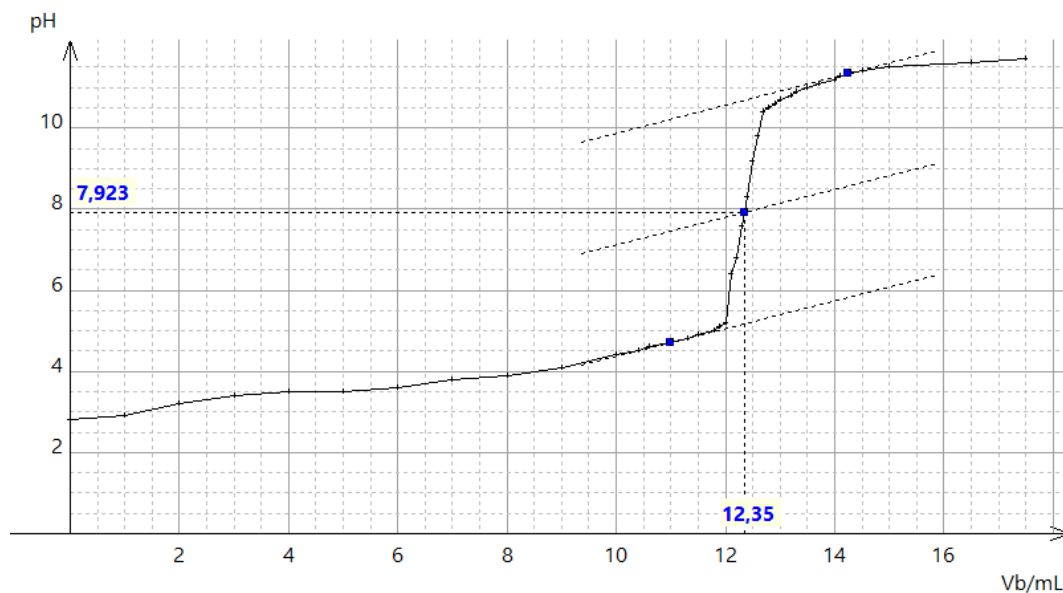
> **Solution n°1**

Exercice p. 9



> **Solution n°2**

Exercice p. 9



$$pH_{eq} = 7,9 \quad V_{eq} = 12,4 \text{ mL}$$

> **Solution n°3**

Exercice p. 9

$$C_{AH} \cdot V_{AH} = C_B \cdot V_{eq} \quad | \quad C_{AH} = 4,43 \cdot 10^{-2} \cdot 12,4/50$$

$$C_{AH} = C_B \cdot V_{eq}/V_{AH} \quad | \quad C_{AH} = 1,1 \cdot 10^{-2} \text{ mol/L}$$

> **Solution n°4**

Exercice p. 9

**Soit  $M_{AH}$  la masse molaire de AH ( $C_9H_8O_4$ )**

$$\mathbf{m = n \cdot M_{AH}}$$

$$\mathbf{m = 0,25 \cdot 1,1 \cdot 10^{-2} \cdot (9 \cdot 12 + 8 + 4 \cdot 16)}$$

$$\mathbf{m = 495}$$

> **Solution n°5**

Exercice p. 9

5%

L'écart est de  $(500 - 495) / 500 = 5 \cdot 10^{-2} = 5\%$

# Glossaire

## **pKa**

c'est une indication de la constante d'acidité  $K_a$  d'un équilibre acido-basique ( $pK_a = -\log K_a$ ). Plus le pKa est petit, plus l'acide est fort

# Abréviations

**HCl** : Acide Chlorhydrique

**PE** : Point d'équivalence

**pH** : Potentiel Hydrogène

# Bibliographie

Barilero., T., et al., *Travaux Pratiques de Chimie - De L'experience a L'interpretation*. ed. 2013: Rue d'Ulm.

BOUDOUAIA, N., *les méthodes de dosage*, in *POLYCOPIE DE COURS DE CHIMIE ANALYTIQUE*. 2021: UNIVERSITE DJILLALI LIABES Sidi Bel Abbess.