

Devoir surveillé

Ex N°1/ Le kétoprofène

Le kétoprofène fait partie de la famille des médicaments anti-inflammatoires non stéroïdiens, comme l'ibuprofène. Il est utilisé à faible dose dans le traitement de la fièvre et de douleurs, et comme anti-inflammatoires à des doses plus élevées.

Le but de cet exercice est de vérifier la valeur de sa masse dans un comprimé de Toprec® par un titrage.



Données :

- Masse molaire du kétoprofène : $M=254 \text{ g.mol}^{-1}$;
- Le kétoprofène est soluble dans l'éthanol et très peu soluble dans l'eau ;
- L'eau et l'éthanol sont des solvants miscibles entre eux ;
- Extrait de la notice du Toprec® :

- Composition : kétoprofène 25 mg par comprimé
- Excipients : amidon de blé, lactose
- Ce médicament est utilisé en traitement de courte durée de la fièvre et/ou des douleurs telles que maux de tête, état grippaux, douleurs dentaires, courbatures, règles douloureuses
- Posologie : 1 comprimé à prendre avec un peu d'eau, à renouveler si nécessaire, sans dépasser 3 comprimés par jour.

On notera le kétoprofène $\text{R-CO}_2\text{H}$. On cherche à déterminer la masse m_K de kétoprofène contenue dans un comprimé.

Protocole :

- écraser 5 comprimés de Toprec® dans un mortier ;
- ajouter environ 60 mL d'éthanol, on observe la présence de particules non solubles dans l'éthanol correspondant aux excipients ;
- filtrer pour écarter les excipients non dissous ;
- rincer trois fois le papier filtre avec 10 mL d'éthanol ;
- introduire le filtrat dans une fiole jaugée de 100 mL et compléter avec de l'éthanol, on obtient la solution S.
- prélever 20,0 mL de solution S et ajouter quelques gouttes d'indicateur coloré (rouge de crésol) ;
- titrer par une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium ($\text{Na}^+_{(\text{aq})} + \text{HO}^-_{(\text{aq})}$) de concentration molaire $1,00 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$.

L'équation de la réaction est : $\text{R-CO}_2\text{H}_{(\text{aq})} + \text{HO}^-_{(\text{aq})} \rightarrow \text{R-COO}^-_{(\text{aq})} + \text{H}_2\text{O}_{(l)}$

Une série de titrages suivant le protocole ci-dessus permet d'obtenir un volume équivalent $V_E = 9,8 \text{ mL}$.

1.1/ Expliquer l'intérêt de rincer le papier filtre avec de l'éthanol.

1.2/ Indiquer les formules des espèces chimiques titrée et titrante.

1.3/ Faire un schéma légendé du dispositif de titrage.

1.4/ Après avoir rappelé la définition de l'équivalence, exprimer puis calculer la quantité de matière de kétoprofène présente dans 20,0 mL de la solution S.

1.5/ En déduire la quantité de matière de kétoprofène présente dans la totalité de la solution S.

1.6/ Déterminer la masse m_K de kétoprofène présente dans un comprimé de Toprec® et vérifier si les mesures sont compatibles avec les informations de la notice du médicament.

Ex N°2/ La vanilline

La gousse de vanille est le fruit d'une orchidée grimpante ; cette plante s'attache aux branches des arbres à l'aide de racines aériennes et peut atteindre 100 m de long. Les gousses de vanille de la Réunion, de Madagascar et de Tahiti sont réputées. La vanille naturelle développe un parfum complexe formé de plusieurs centaines de composés aromatiques différents. La note dominante de l'arôme de la vanille naturelle est donnée par la molécule de vanilline, de formule brute $C_8H_8O_3$.

Dans cet exercice, on se propose d'effectuer dosage spectrophotométrique de la vanilline dans un sachet de sucre vanillé



Sur l'étiquette du sachet de sucre vanillé, il est précisé l'information suivante : « 4% en masse de gousse de vanille ». On souhaite vérifier cette information.

Données : $M(C_8H_8O_3) = 152,0 \text{ g/mol}$

Protocole de préparation de la gamme étalon

- Dans une fiole jaugée de 1,00 L, introduire 100 mg de vanilline pure.
- Dissoudre complètement la vanilline et compléter jusqu'au trait de jauge avec une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium. On obtient une solution mère notée F_0 .
- Dans une fiole jaugée de 100,0 mL, introduire 1,00 mL de F_0 et compléter jusqu'au trait de jauge avec la solution d'hydroxyde de sodium. On note F_1 la solution fille obtenue.
- Préparer de même des solutions filles F_2 à F_6 en prélevant respectivement des volumes égaux à 2,0 ; 3,0 ; 4,0 ; 5,0 et 6,0 mL de F_0 .
- Mesurer l'absorbance A des six solutions pour une longueur d'onde de 348 nm. À cette longueur d'onde, seule la vanilline absorbe.

Protocole de préparation de l'échantillon de sucre vanillé

- Dans une fiole jaugée de 500 mL, introduire 1,0 g de sucre vanillé.
- Dissoudre complètement le sucre et compléter jusqu'au trait de jauge avec la solution d'hydroxyde de sodium.
- Mesurer l'absorbance de la solution de sucre vanillé pour une longueur d'onde de 348 nm.

Résultats expérimentaux

Solutions filles	F_1	F_2	F_3	F_4	F_5	F_6	sucre vanillé
Concentration (en $\mu\text{mol.L}^{-1}$)	X	13	20	26	33	39	X
Absorbance A	0,175	0,342	0,510	0,670	0,851	1,020	0,241

*D'après La chimie expérimentale (Chimie organique et minérale)
Romain BARBE, Jean-François LE MARÉCHAL – Édition 2007 DUNOD*

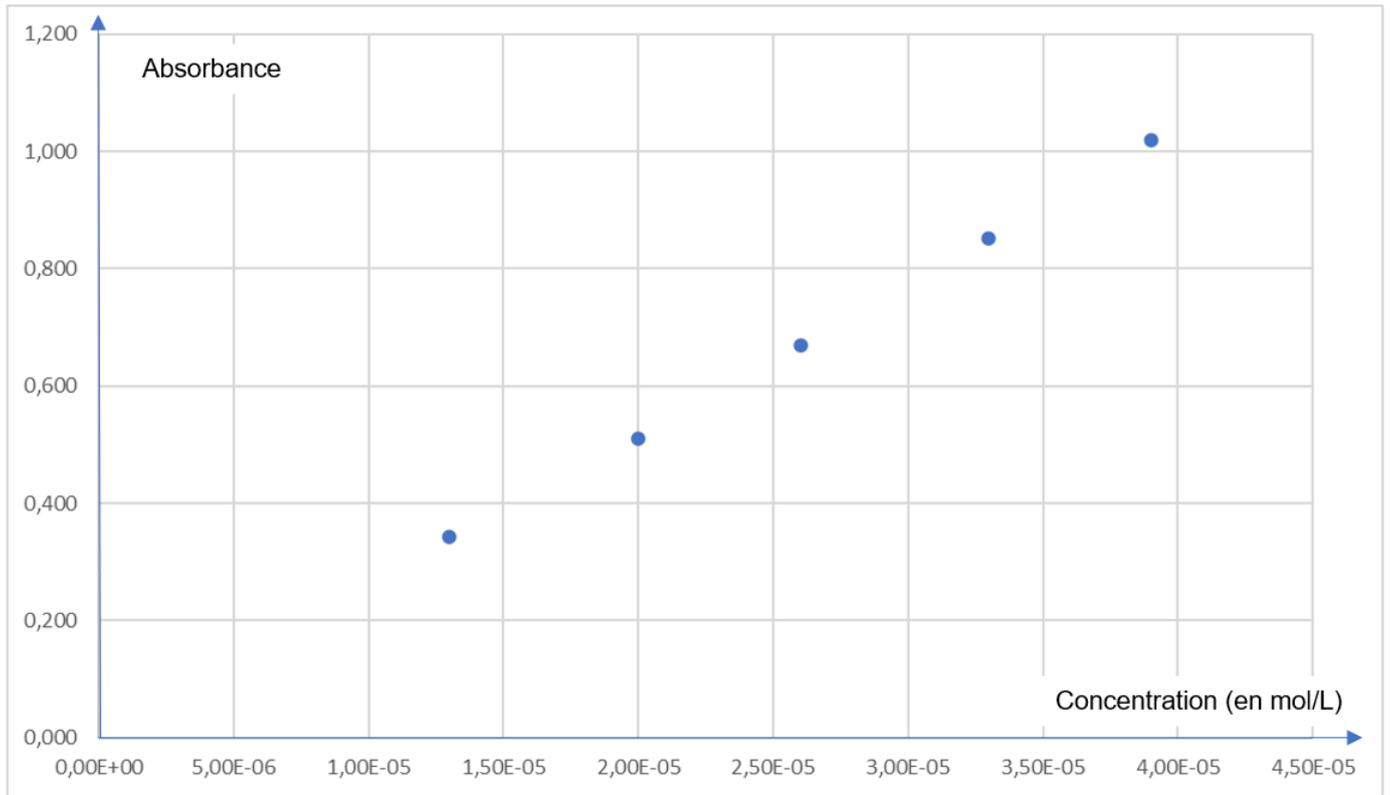
2.1/ Montrer que la concentration de la solution mère F_0 est de $6,6 \times 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$ puis en déduire la concentration de la solution fille F_1 .

2.2/ Placer sur le graphique (ci-dessous) représentant l'absorbance en fonction de la concentration, le point correspondant à la solution fille F_1 .

2.3/ Déterminer à l'aide des résultats expérimentaux la concentration de la solution de sucre vanillé.

2.4/ En déduire que la masse de vanilline présente dans 1,00 g de sucre vanillé est d'environ 0,7 mg.

2.5/ Sachant qu'un gramme de gousse de vanille peut contenir de 5 à 25 mg de vanilline, vérifier si la mention sur l'étiquette est acceptable.

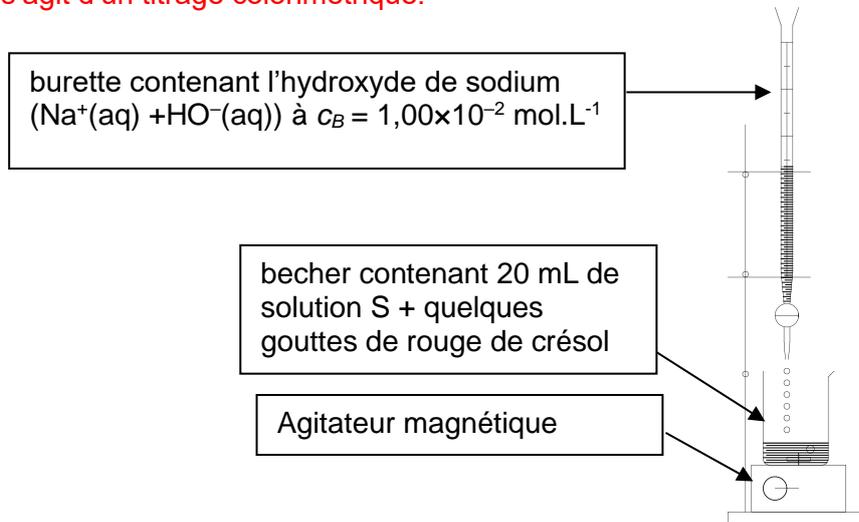


CorrigéEx N°1/ Analyse d'un comprimé comportant du kétoprofène

1.1/ L'intérêt de rincer le papier filtre avec de l'éthanol est de **solubiliser tout le kétoprofène SANS** les excipients.

1.2/ Titré : R-CO₂H et titrant : HO⁻

1.3/ Il s'agit d'un titrage colorimétrique.



1.4/ À l'équivalence, les deux réactifs ont été introduits dans les proportions stœchiométriques :

$$n(\text{HO}^-)_{\text{versée}} = n(\text{R-COOH})_{\text{initiale}}$$

$$c_B \cdot V_E = n(\text{R-COOH})_{\text{initiale}}$$

$$n(\text{R-COOH}) = 9,8 \times 10^{-5} \text{ mol}$$

1.5/ Dans 100 mL il y a 5 fois plus en quantité de matière : $n(\text{R-COOH}) = 5 \times 9,8 \times 10^{-5} = 4,9 \times 10^{-4} \text{ mol}$

1.6/ La masse de kétoprofène présente dans le volume 100 mL de cette solution a pour expression :

$$m = n \cdot M = 4,9 \times 10^{-4} \times 254 = 0,124 \text{ g}$$

Cette masse correspond à 5 comprimés, donc pour un seul comprimé $m_K = 24,892 \times 10^{-3} \text{ g}$

En ne conservant que deux chiffres significatifs **$m_K = 24,9 \text{ mg}$** .

Ex N°2/ Dosage spectrophotométrique de la vanilline dans un sachet de sucre vanillé

2.1. Par définition de la concentration molaire en soluté apporté : $c_0 = \frac{n(\text{HVan})_0}{V_{\text{fiolle } 0}} = \frac{m(\text{HVan})_0}{M(\text{HVan}) \times V_{\text{fiolle } 0}}$

$$C_0 = \frac{100 \times 10^{-3}}{152,0 \times 1,00} = 6,58 \times 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$$

Ce résultat est cohérent avec la valeur de $6,6 \times 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$ donnée.

La solution fille F₁ a été préparée par dilution.

Solution mère :

$$V_0 = 1,00 \text{ mL}$$

$$C_0 = 6,58 \times 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$$

Solution fille :

$$V_1 = 100,0 \text{ mL}$$

$$C_1 = ?$$

Au cours d'une dilution, la quantité de matière de soluté se conserve, $n_0 = n_1$

$$C_0 \cdot V_0 = C_1 \cdot V_1$$

$$C_1 = \frac{C_0 \cdot V_0}{V_1}$$

$$C_1 = \frac{6,58 \times 10^{-4} \times 1,00}{100,0} = 6,58 \times 10^{-6} \text{ mol.L}^{-1}$$

2.3/ Par lecture graphique

$$C_{SV} = \frac{0,241}{0,026} = 9,3 \mu\text{mol.L}^{-1}$$

2.4/ On cherche $m(\text{HVan}) = n(\text{HVan}) \times M(\text{HVan})$

$$= C_{SV} \times V_{\text{ fiole SV}} \times M(\text{HVan})$$

$$m(\text{HVan}) = 9,3 \times 10^{-6} \times 500 \times 10^{-3} \times 152,0 = 7,0 \times 10^{-4} \text{g} = 0,70 \text{ mg comme indiqué.}$$

2.5/ Un gramme de gousse de vanille peut contenir de 5 à 25 mg de vanilline (énoncé).

Les « 4 % en masse de gousse de vanille » indiqués sur le sachet correspondent donc à une masse de

vanilline comprise dans l'intervalle $\frac{4}{100} \times 5 \leq m \leq \frac{4}{100} \times 25 \text{ mg}$

$$0,2 \leq m \leq 1 \text{ mg}$$

La valeur trouvée à la question précédente (0,7 mg) est incluse dans cet intervalle : l'indication est donc correcte.