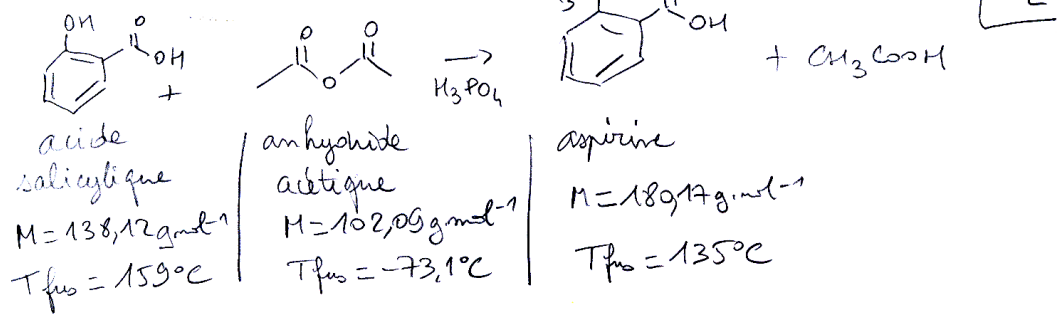


Synthèse de l'aspirine



Ballon monocol 50mL + réfrigérant à boules + barreau aimanté.

- 2,5g d'acide salicylique
- 4mL d'anhydride acétique
- 2 gouttes de H_3PO_4 concentré (plutôt que H_2SO_4 concentré)

Agitateur magnétique chauffant.

Bain marie à 70°C (maximum) pendant 15 min.

Refroidir le mélange. Le verser doucement, sous vive agitation dans un bécher contenant un mélange eau-glace. (≈ 15g)
Filtrer sur buchner ou verre fitté.
Rincer avec de l'eau froide.

Recristallisation dans l'eau possible (ou eau-éthanol 50/50)

Calcul du rendement

$$n_{\text{acide sali}} = \frac{m}{M} = \frac{2,5}{138,12} = 1,81 \cdot 10^{-2} \text{ mol (limitant)}$$

$$n_{\text{anhydride}} = \frac{\rho \cdot V}{M} = \frac{1,08 \times 4}{102,09} = 4,23 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

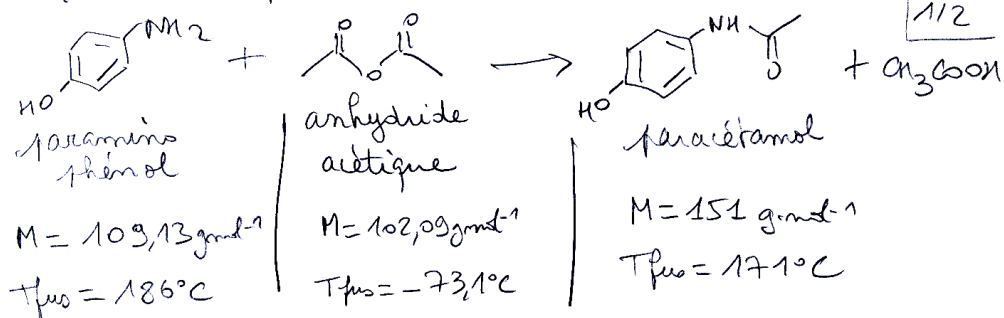
(l'anhydride en excès s'hydrolyse dans le mélange eau-glace)

$$R = \frac{m_{\text{aspirine}}}{M_{\text{aspirine}} \cdot n_{\text{acide}}} = \frac{m_{\text{aspirine}}}{3,26}$$

Characterisation:

Synthèse du paracétamol

17/03/2020



Ballon monocol 50 mL + réfrigérant à boules + baignoire à glace

- 1,36 g de paraaminophénol (récent)

- 12,5 mL d'eau

- 1,75 mL d'acide acétique pur.

Agitateur magnétique chauffant

Bain marie à 80°C (maximum) pendant 10 min.

Ajouter ensuite, goutte à goutte, 1,75 mL d'anhydride acétique

Agiter pendant 5 min.

Refroidir le ballon dans un mélange eau - glace. Le paracétamol précipite.

Filtrer sur buchner ou verre fritté

Recristallisation dans l'eau possible

calcul du rendement

$$n_{\text{paraamino}} = \frac{m}{M} = \frac{1,36}{109,13} = 1,25 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

$$n_{\text{anhydride}} = \frac{p \cdot v}{M} = \frac{1,08 \times 1,75}{102,09} = 1,85 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

(l'anhydride en excès s'hydrolyse)

$$R = \frac{m_{\text{paracétamol}}}{M_{\text{paracétamol}} \cdot n_{\text{paraamino}}} = \frac{m_{\text{paracétamol}}}{1,88}$$

Caractérisation

2/2

* Température de fusion: $T_{fus} = 171^{\circ}\text{C}$
(bien différente de celle du paraaminophénol: 186°C)

* CCM

Mesplé de Saluzzo: CH_2Cl_2 50 (en volume)
acétone 50) ne marche pas bien

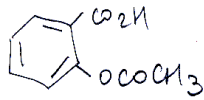
Hachette 2^e (2010): acétate de butyle 30 (en volume)
cyclohexane 20
acide méthanoïque 5

Hachette Tern S (2012): acétate de butyle (3mL)
cyclohexane (2mL)
acide méthanoïque (0,5mL)
acétone (10 gouttes)

Bibli: Mesplé de Saluzzo p 145 (quantités 14)

Dosage de l'aspirine contenu dans un comprimé (17/03/2020)
d'aspirine du Rhône 500mg 112

aspirine : acide acétylsalicylique



$$M = 180 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

$$n_{AH} = \frac{m}{M} = \frac{0,500}{180} = 2,78 \cdot 10^{-3} \text{ mol.}$$

1) Dosage direct (à froid)



Si on dose la totalité du comprimé par de la soude (Na^+, HO^- ; $C_B = 1,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$), le volume équivalent sera $n_{AH} = n_{HO^-} \Rightarrow V_{eq} = \frac{2,78 \cdot 10^{-3}}{1,00 \cdot 10^{-2}} = \underline{278 \text{ mL}}$
beaucoup trop grand.

Mise en solution du comprimé

Dans un mortier, écraser un comprimé puis l'introduire dans une fiole de 100 mL (dissoudre, agiter, compléter avec de l'eau distillée, agiter).

Dosage:

Prélever 5,00 mL de la solution obtenue ($n'_{AH} = \frac{5}{100} \cdot 2,78 \cdot 10^{-3} = 1,39 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$). Doser par pH-métrie avec la soude ($C_B = 1,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$) $V_{eq} \approx \frac{5}{100} \cdot 278 = \underline{13,9 \text{ mL}}$

2) Dosage indirect (à chaud)

En présence d'un excès de soude et à chaud, on a en plus une saponification de la fonction ester :



L'excès de soude est dosé par une solution d'acide chlorhydrique. $\text{HO}^- + \text{H}_3\text{O}^+ = 2\text{H}_2\text{O}$ (2)

Saponification

212

Dans un mortier, écraser un comprimé puis le mettre en solution (dans un erlen de 50 mL) dans une solution de soude ($C_B = 1,00 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $V_B = 10,00 \text{ mL}$) chauffer jusqu'à ébullition pendant 10 min. laisser refroidir.

Introduire cette solution dans 1 fiole de 100,00 mL. compléter avec de l'eau distillée. D.

Dosage:

Prélever 10,00 mL de la solution obtenue. Doser par pH-mètre avec de l'acide chlorhydrique ($C_A = 0,025 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)

calcul du volume équivalent d'acide :

$$(1) \text{ et } (2) \quad \frac{n_{\text{H}_3\text{O}^+}}{10} = 2 \cdot \frac{n_{\text{AH}}}{10} + n_{\text{H}_3\text{O}^+}$$

$$n_{\text{H}_3\text{O}^+} = \frac{1}{10} (n_{\text{H}_3\text{O}^+} - 2 n_{\text{AH}}) = \frac{1}{10} (1,00 \cdot 10 \cdot 10^{-3} - 2 \cdot 2,78 \cdot 10^{-3})$$

$$n_{\text{H}_3\text{O}^+} = 4,44 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \quad V_{\text{eq}} = \frac{4,44 \cdot 10^{-3}}{0,025} = \underline{\underline{17,8 \text{ mL}}}$$

Bibli: cadha AB.

| dosage direct: p 246 (modifié)
| dosage indirect: p 243 (non modifié)

Dosage de la vitamine C contenue dans un comprimé tamponné

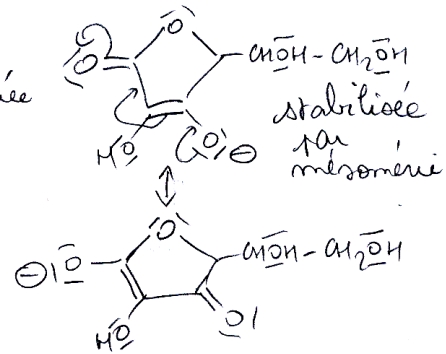
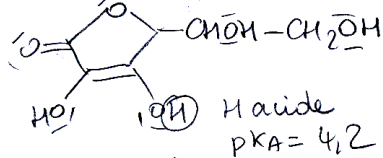
17/03/2020

1/2

Vitascorbol 500: la notice indique :

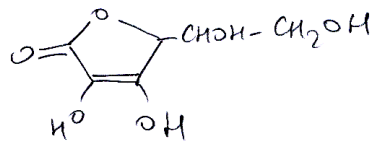
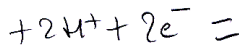
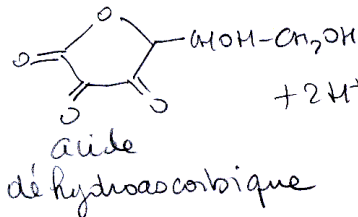
- acide ascorbique (vitamine C) : 200 mg (AH) ($M = 176 \text{ g.mol}^{-1}$)
- ascorbate de sodium : 337,5 mg (NaA) ($M = 198 \text{ g.mol}^{-1}$)

* la vitamine C est un acide :



Ce pKa est très petit pour un alcool mais ceci vient du fait que la base conjuguée est stabilisée par mésomérie.

* la vitamine C est un réducteur :



Principe du dosage :

- 1) Dosage de l'acide seul par dosage acido-basique.
- 2) Dosage de l'ensemble acide + ascorbate par dosage d'oxydoréduction.

Mise en solution du comprimé :

Dans un mortier, écrase un comprimé puis l'introduire dans une fiole de 100 ml (dissoudre, agiter, compléter avec de l'eau distillée, agiter)

$$\begin{aligned} n_{\text{AH}} &= 0,200 / 176 = 1,14 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \\ n_{\text{NaA}} &= 0,3375 / 198 = 1,70 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \end{aligned}$$

Pour chaque dosage : on prélève 10 mL soit :

[2/2]

$$\begin{cases} n'_{AH} = 1,14 \cdot 10^{-4} \text{ mol} & \left(\frac{1}{10} \times n_{AH} \right) \\ n'_{A^-} = 1,70 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \end{cases}$$

1) Dosage acido-basique

on dose AH seul par la sonde $(Na^+)HO^-$; $C_B = 1,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot L^{-1}$



calcul du volume équivalent de sonde :

$$n'_{AH} = n_{HO^-} \Rightarrow V_{eq} = \frac{n'_{AH}}{C_B} = \frac{1,14 \cdot 10^{-4}}{1,00 \cdot 10^{-2}} \approx \underline{\underline{11,4 \text{ mL}}}$$

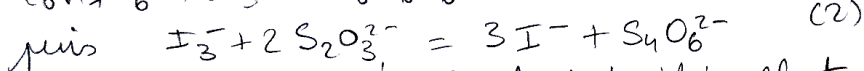
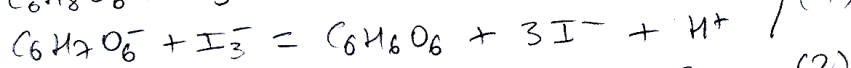
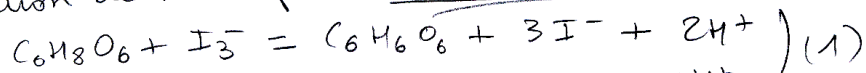
II c) Remplacer la phénolphthaléine par le bleu

de thymol : $\begin{cases} \text{forme acide : jaune} \\ \text{forme basique : bleu} \\ \text{zone de virage : } 8,0 < pH < 9,6 \end{cases}$

c) Dosage redox

on dose l'ensemble Acide ($C_6H_8O_6$) et Ascorbate ($C_6H_7O_6^{A^-}$)

on ajoute un excès d'ions I_3^- ($V = 10 \text{ mL}$; $C = 5,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot L^{-1}$)
puis on dose la partie n'ayant pas réagi par une solution de thiosulfate ($C = 4,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot L^{-1}$)



calcul du volume équivalent de thiosulfate :

$$(1) \text{ et } (2) \Rightarrow n_{I_3^-} = (n'_{AH} + n'_{A^-}) + \frac{n_{S_2O_3^{2-}}}{2}$$

$$n_{S_2O_3^{2-}} = 2(n_{I_3^-} - (n'_{AH} + n'_{A^-})) = 2(5,00 \cdot 10^{-2} \cdot 10 \cdot 10^{-3} - (1,14 \cdot 10^{-4} + 1,70 \cdot 10^{-4}))$$

$$n_{S_2O_3^{2-}} = 4,32 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \quad V_{eq} \approx \underline{\underline{10,8 \text{ mL}}}$$

Remarque : 337,5 mg d'ascorbate de sodium correspondent à 300 mg d'acide ascorbique en quantité de matière ($337,5 \times \frac{176}{198}$)
D'où le nom vitaxorbol 500 (200 + 300)

Biblio : Cachau (ABP 245) (redox p 302) composition comprimé #.