

Exercice chimie analytique (Examen UE 91 juin 2023)

Une nouvelle substance active (SA) présente un caractère acide faible. Pour réaliser son dosage, on réalise une extraction simple d'une phase aqueuse qui contient la SA par un solvant organique non miscible.

Protocole d'extraction : 10 mL d'une solution de phase aqueuse tamponnée à pH = 2,0 sont extraits par 20 mL d'une phase organique non miscible à l'eau. L'absorbance à 243 nm est mesurée dans le solvant organique dans une cuve de 1 cm.

- Échantillon 1 : on introduit directement 20 mg de SA dans 20 mL de solvant organique. L'absorbance mesurée est de 0,90.
 - Échantillon 2 : On introduit 20 mg de SA dans 10 mL de la phase aqueuse tamponnée à pH = 2,0 et après extraction selon le protocole d'extraction ci-dessus, l'absorbance mesurée est de 0,81
- 1- Calculer la concentration de SA dans la phase organique de l'échantillon 2
 - 2- Calculer la quantité de SA extraite dans la phase organique (Q_B) pour l'échantillon 2
 - 3- En déduire le rendement d'extraction pour l'échantillon 2
 - 4- En considérant que le rendement d'extraction est optimal à pH = 2,0, calculer le coefficient de partage P de la SA entre le solvant organique et l'eau

On souhaite doser SA dans des comprimés et pour cela on prépare l'échantillon 3

Échantillon 3 : On introduit 250 mg de poudre de comprimé dans 10 mL de la phase aqueuse tamponnée à pH = 2,0 et après extraction selon le protocole d'extraction ci-dessus, l'absorbance mesurée est de 0,84

- 5- Calculer la quantité de SA extraite dans la phase organique
- 6- En sachant qu'un comprimé a une masse moyenne de 250 mg et que la teneur théorique de SA est de 20,0 mg/cpm, peut-on considérer que la teneur moyenne est conforme à 5%. On considère que le rendement d'extraction ne varie pas en présence des excipients.

Réponses

1- 5 points (AN)

$1 \text{ mg.mL}^{-1} \rightarrow 0,9$

$X \text{ mg.mL}^{-1} \rightarrow 0,81$

Soit $C_{B2} = 0,9 \text{ mg.mL}^{-1}$

2- 5 points (AN)

$C_{B2} = 0,9 \text{ mg.mL}^{-1}$

Le volume du solvant est de 20 mL

Donc on a $Q_{B2} = 0,9 \times 20 = 18 \text{ mg}$ de SA dans l'échantillon 2

3- 6 points (3 formule, 3 AN)

$R = Q_{B2}/Q_{A02} = 18/20 = 0,90$ soit 90%

4- 8 points (4 formule, 4 AN)

$R = 1 - 1/(1 - P \cdot V_b/V_a)$

$0,9 = 1 - 1/(1 - P \times 20/10)$

$P = 4,5$

5- 8 points (4 pour C_{B3} et 4 pour Q_{B3})

$1 \text{ mg.mL}^{-1} \rightarrow 0,9$

$X \text{ mg.mL}^{-1} \rightarrow 0,84$

Soit $C_{B3} = 0,93 \text{ mg.mL}^{-1}$

$Q_{B3} = 0,93 \times 20 = 18,67 \text{ mg}$

6- 8 points (4 pour Q_{A03} , 2 pour le calcul des spécifications et 2 pour la conformité)

En considérant $R = 0,9$

$Q_{A03} = Q_{B3}/R = 20,7 \text{ mg de SA dans 250mg de poudre de cpm}$

La teneur moyenne est donc de $20,7 \text{ mg de SA /cpm}$

Conforme car compris entre $19,0$ et $21,0 \text{ mg de SA/cpm}$