

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1. Résultats de contrôle :

La comparaison de tous nos résultats est faite avec la norme pharmacopée Européenne 1997.

III.1.1. Principe actif : Diclofenac sodique

a. Aspect :

L'observation visuelle de la poudre de Diclofenac sodique, a montré que la poudre est cristalline blanche faiblement jaunâtre.

Cela veut dire que notre principe actif est propre parce qu'il garde son aspect intact.



Figure III.1: Aspect du diclofenac sodique

b. Solubilité :

Les résultats du test de solubilité sont comme suit :

- Assez soluble dans l'eau.
- Facilement soluble dans le Méthanol.
- Soluble dans l'éthanol 96 %.
- Peu soluble dans l'acétone.

Ces résultats coïncident avec les normes certifiées dans la pharmacopée européenne alors on peut dire que le test de solubilité est positif.



Figure III.2 : Résultat de test de solubilité

c. Identification D :

On remarque que la couleur bleue de la flamme du bec Bunsen devient jaune. Ceci nous permet de dire que le principe actif contient du sodium, car cette couleur est caractéristique de la présence du sodium.



Figure III.3: Résultat de l'identification D

d. Point de fusion :

Le diclofenac sodique commence à se décomposer vers 280°C. C'est la température à laquelle notre substance passe de l'état solide à l'état liquide.

Selon la norme : ($T_f = 280 \pm 1^\circ\text{C}$) avec T_f est la température de fusion de diclofenac sodique, donc notre produit est conforme.

e. Métaux lourds :

Notre solution est moins colorée que la solution témoin qui a une concentration < 10 ppm, alors on peut conclure que le taux de métaux lourds du principe actif est < 10 ppm. La norme exige une concentration inférieure ou égale à 10 ppm en métaux lourds ce qui veut dire qu'on est dans les normes.

f. Identification par Spectrophotomètre U.V :

Le tableau III.1 représente les résultats d'analyses par spectrophotomètre U.V :

Tableau III.1 : Résultats de l'identification U.V à $\lambda = 440$ nm.

Absorbance (DO)			Norme
Méthanol	Mélange	Principe actif	
0.09	0.019	0.009	<0,05

On remarque que l'absorbance du mélange (Méthanol + Diclofenac) est inférieure à 0,05. Donc on peut conclure que l'absorbance du principe actif est nettement acceptable.

g. Perte à la dessiccation :

Le tableau III.2 représente les résultats d'analyses de la perte à la dessiccation.

Tableau III.2 : Résultats de test de la perte à la dessiccation.

Vv (g)	Va (g)	P (g)	PP (%)	Norme
24,5371	24,5349	0,989	0,22	<0,5

Vv : poids du verre à montre + échantillon avant dessiccation (en g) ;

Va : poids du verre à montre + échantillon après dessiccation (en g) ;

P : la pesée de Diclofenac sodique avant dessiccation (en g) ;

PP : perte à la dessiccation (en %).

D'après ses résultats on peut dire que la perte à la dessiccation du principe actif est acceptable, vu qu'elle est largement inférieure au pourcentage recommandé.

h. Dosage Titrimétrique :

Le tableau III.3 présente les résultats d'analyses de dosage titrimétrique.

Tableau III.3 : Résultats de dosage titrimétrique.

Dv(ml)	Eq/g	F	P(mg)	PP(%)	Tstq(%)	Tsba(%)	Norme (%)
7,694	31,81	1,0177	250	0,22	99,63	99,84	99-101

Les grandeurs données dans le tableau sont définis comme suit :

Dv : Volume consommé ;

Eq/g : Equivalent gramme ;

F : Facteur de solution titrant ;

P : Pesée de Diclofenac Sodique ;

PP : Perte en poids ;

Tstq, Tsba : lestitres, sans base anhydre et sur base anhydre.

Le Tsba est calculé en utilisant la formule (1) donnée en chapitre II, elle est de 99,84 %. On observant la marge des normes donnée dans le tableau on constate que cette grandeur est bien conforme.

Ainsi on peut conclure que la poudre de Diclofenac Sodique est pure et de bonne qualité.

III.1.2. Mélange final :

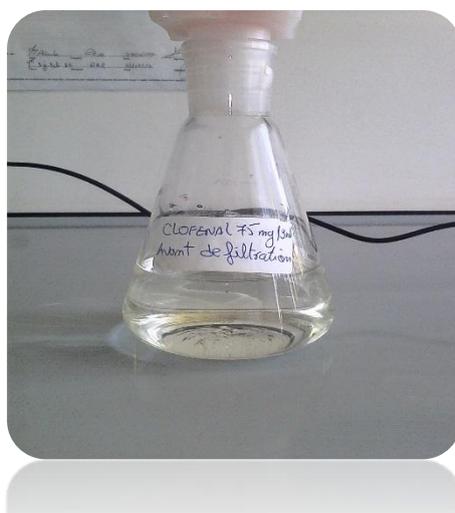


Figure III.4 : Mélange final (Clofenal 75mg/3ml)

a. pH :

Le pH du mélange est de 8,40. Cette valeur est bien incluse dans l'intervalle de pH exigé par la norme qui est entre 8,0 et 9,0.

Il se pourrait que ce pH basique intervient directement en neutralisant, du moins partiellement, l'acidité provoquée par l'inflammation elle-même :

b. Dosage Spectrophotométrique :

Le tableau III.4 représente les résultats d'analyses de dosage spectrophotométrique.

Tableau III.4 : Dosage par Spectrophotométrie à $\lambda = 257\text{nm}$.

DO					P _i	P _{STD}	Titre (mg/3ml)	Norme (mg/3ml)
Blanc	Mélange 1	Mélange 2	Ech	STD				
0,037	0,247	0,243	0,210	0,206	119,9	0,9949	71,57	67,5-82,5

P_i : Pureté % ;

P_{STD} : Poids du standard ;

Mélange 1 : Ech + Blanc ;

Mélange 2 : DTS + Blanc.

Le titre du mélange final est dans la fourchette (67,5 -82,5 mg / 3ml) exigée par la norme. Il est donc acceptable.

On peut donc avancer que notre mélange final est préparé dans des conditions adéquates.

III.1.3. Produit fini :



Figure III.5 : Produit fini (Clofenal 75mg/3ml)

a. Aspect :

L'observation visuelle des ampoules de Clofenal a montré que la solution est incolore, limpide et sans particules en suspension ; Cela veut dire que la solution est propre.

b. Volume moyen :**Tableau III.5:** Volume moyen du produit fini.

Vc(ml)	N	Vm(ml)	Norme
9,3	3	3,1	3,0-3,3

Vc, Vm : Volume contenu dans le cylindre, Volume moyen.

N : Nombre des ampoules utilisées.

Le volume moyen que peut contenir une ampoule de Clofenal est acceptable, vu que la norme est comprise entre 3,0 et 3,3 ml.

c. pH :

Le pH du produit fini est de 8,50.

Cette valeur est acceptable car, elle est en concordance avec la norme (8,0-9,0).

d. Identification par U.V :

Le tableau III.6 représente les résultats d'analyses de l'identification par U.V.

Tableau III.6: Identification par U.V du STD et Ech.

λ (nm)	250	255	260	265	270	275	280	290	300
DO (STD)	0,1153	0,1295	0,1566	0,1842	0,2044	0,2136	0,2093	0,1621	0,0912
DO (Ech)	0,1427	0,1566	0,1810	0,2024	0,2145	0,2207	0,2154	0,1688	0,0995

Ces résultats sont représentés dans la figure III.6.

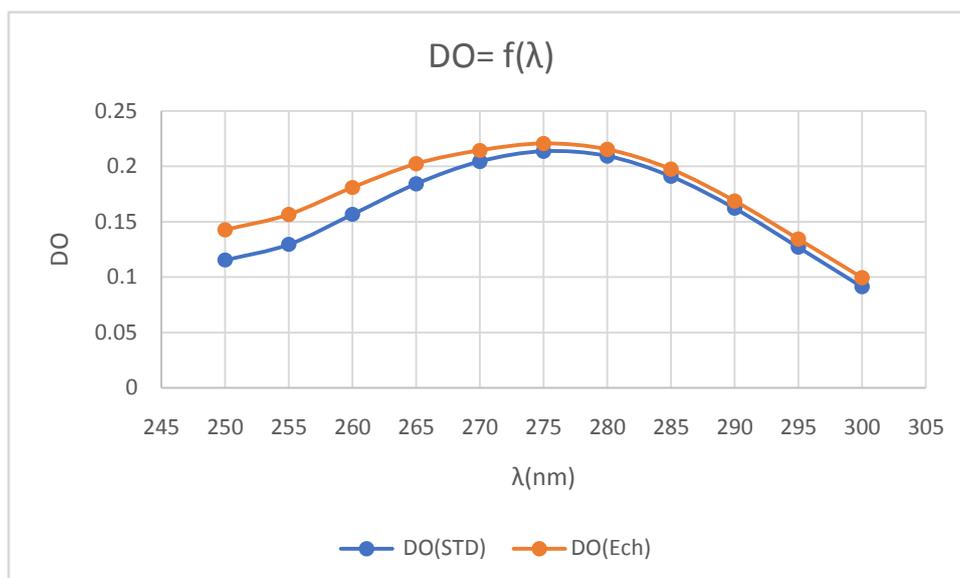


Figure III.6 : L'identification par U.V de (Clofenal 75mg/3ml)

D'après le tracé obtenu, on constate qu'à partir de la longueur d'onde 270 les deux courbes se superposent. L'absorbance de l'échantillon et du standard donne le même maximum à 275 nm. Ainsi, on peut conclure que l'identification U.V est positive.

e. Dosage par U.V :

Le tableau III.7 présente les résultats de dosage du principe actif dans le produit fini.

Tableau III.7 : Résultats de dosage par U.V.

DO(Ech)	DO(STD)	P _{STD} (mg)	Puissance	V _{Ech} (ml)	Titre (mg/3ml)	Norme (mg/3ml)
0,2207	0,2136	125,1	1,0009	5	77,62	67,5-825

Le titre obtenu pour le principe actif dans le mélange correspond parfaitement au milieu des limites de la norme. Alors le produit fini est de bonne qualité.

En comparant tous les résultats obtenus avec leurs normes on a pu constater que le produit clofenal 75mg/3ml fabriqué par le complexe de Médèa est bien conforme avec le produit d'origine.