

TP : Dosage par étalonnage spectrophotométrique – Loi de Beer-Lambert

Le TimoFero^l est un médicament utilisé pour traiter les carences en fer. Sa notice indique que cet élément est apporté sous forme d'ions Fe^{2+} .

Comment vérifier la présence d'ions Fe^{2+} et la valeur de la masse en ions Fe^{2+} présents dans une gélule indiquée dans la notice ?

Doc. 1 Extrait de la notice du TimoFero^l

Classe pharmacothérapeutique : antianémique
Sulfate ferreux par voie orale (B : sang et organes hématopoïétiques)
Ce médicament contient du fer.
Les substances actives sont (pour une gélule) :
Sulfate ferreux desséché (Fe^{2+} , SO_4^{2-}) 136,00 mg
Quantité correspondante en fer 50,00 mg
Acide ascorbique 30,00 mg



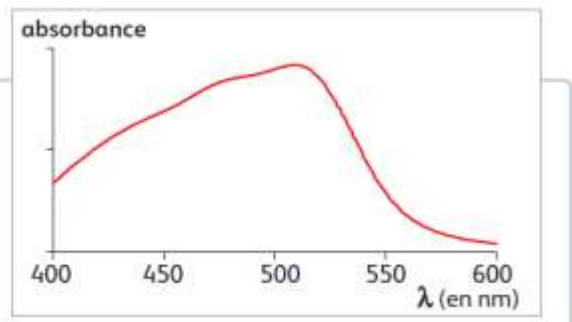
Doc. 2 Solutions et matériel disponibles

- solution d'éthanoate de sodium à $180 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$;
- solution de sulfate d'hydroxylammonium à $1 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$;
- solution d'orthophénantroline à $10 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$;
- solution de sel de Mohr (correspondant à des ions Fe^{2+} à $0,35 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$) ;
- une solution obtenue par dissolution du contenu d'une gélule de Timofero^l dans deux litres d'une solution d'acide sulfurique à environ $25 \text{ mmol} \cdot \text{L}^{-1}$;
- six tubes à essais ; trois pipettes graduées de 5 mL ; une pipette graduée de 2 mL ; une pipette graduée de 1 mL ;
- spectrophotomètre UV-visible.

Doc. 3 Spectre UV-visible d'une solution

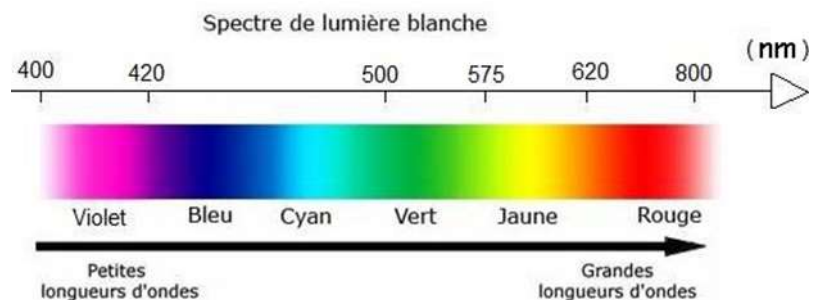
L'orthophénantroline est une espèce chimique qui réagit avec les ions Fe^{2+} afin de former une espèce très colorée. La figure ci-contre représente le spectre UV-visible d'une solution contenant :

- 5 mL d'une solution de sulfate d'hydroxylammonium à $1 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$;
- 5 mL d'une solution d'éthanoate de sodium à $180 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$;
- 0,5 mL d'une solution d'orthophénantroline à $10 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$;
- 2,5 mL d'une solution à $0,35 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ en ions Fe^{2+} .



Doc.4

Correspondance entre couleur et longueur d'onde



1. Analyser

- Quelle est la principale méthode de dosage d'une solution d'une espèce colorée ? Décrire brièvement la méthode.
- Quelle est la nature de la relation entre l'absorbance d'une solution à une longueur d'onde donnée et la concentration de l'espèce absorbante dans la solution ?
- Pour doser la solution S_g décrite dans le document 2 obtenue par dissolution de la gélule, déterminer quelle est l'espèce dont la concentration doit varier dans la gamme de solution à fabriquer. A partir de quelle solution S_0 doit on fabriquer la gamme de solution ?
- Les ions Fe^{2+} étant incolore, on les fait réagir selon la réaction décrite dans le document 3. Quelle est la couleur de la solution obtenue lors cette réaction ?
Quelle longueur d'onde doit-on choisir pour réaliser les mesures nécessaires au dosage ?

2. Réaliser

- a. Déterminer les volumes à mélanger de solution S_0 de sel de Mohr décrite dans le document 2 et d'eau pour fabriquer la gamme de solution à utiliser. Le volume total du mélange doit être égal à 2,5mL. Remarque : la solution S_0 a une concentration de $350\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de sel de Mohr ce qui correspond à $50\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ d'ion fer II présent dans la solution.
Calculer les concentrations des solutions correspondantes.

Tube à essais	1	2	3	4	5
V_s (mL)					
V_{eau} (mL)					
Facteur de dilution	1	1,25	1,67	2,5	5
Concentration C_m ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	50				

- b. Préparation de la gamme d'étalonnage
- Numéroté six tubes à essais de 1 à 6.
 - À l'aide de pipettes graduées, introduire dans chaque tube à essais le mélange nécessaire pour coloré la solution :
 - 5 mL de la solution de sulfate d'hydroxylammonium ;
 - 5 mL de solution de sulfate d'éthanoate de sodium ;
 - 0,5 mL de la solution d'orthophénantroline.
 - Ajouter dans chaque tube à essais les volumes calculés précédemment.
- c. Mesurer l'absorbance $A_{510,i}$ des solutions contenues dans les tubes à essais n° 1 à 5, à la longueur d'onde convenablement choisie et tracer simultanément le graphe $A = f(C_m)$

Tube à essais	1	2	3	4	5

- d. Modéliser la courbe obtenue
- e. Mesure de l'absorbance de la solution S_g
- Dans le tube à essais n° 6, introduire un échantillon de 2,5 mL de la solution S_g .
 - Mesurer l'absorbance $A_{510,6}$ de la solution du tube à essais n° 6 à la longueur d'onde précédemment choisie.

3. Validation :

- a. Déterminer la concentration massique en fer II de la solution S_g .
- b. Calculer la masse d'ion fer II présente dans une gélule.
- c. Comparer avec les informations de l'étiquette du médicament.

Correction

Les ions Fe^{2+} réagissent avec l'orthophénantroline selon une réaction quasi-totale pour former une espèce colorée : l'ion triorthophénantroline fer (II). L'absorbance mesurée est proportionnelle à la concentration en ions triorthophénantroline fer (II). Afin d'être certain que la quantité d'ions triorthophénantroline fer (II) présents dans un tube à essais correspond bien à la quantité d'ions Fe^{2+} initialement introduits, on ajoute l'orthophénantroline en excès.

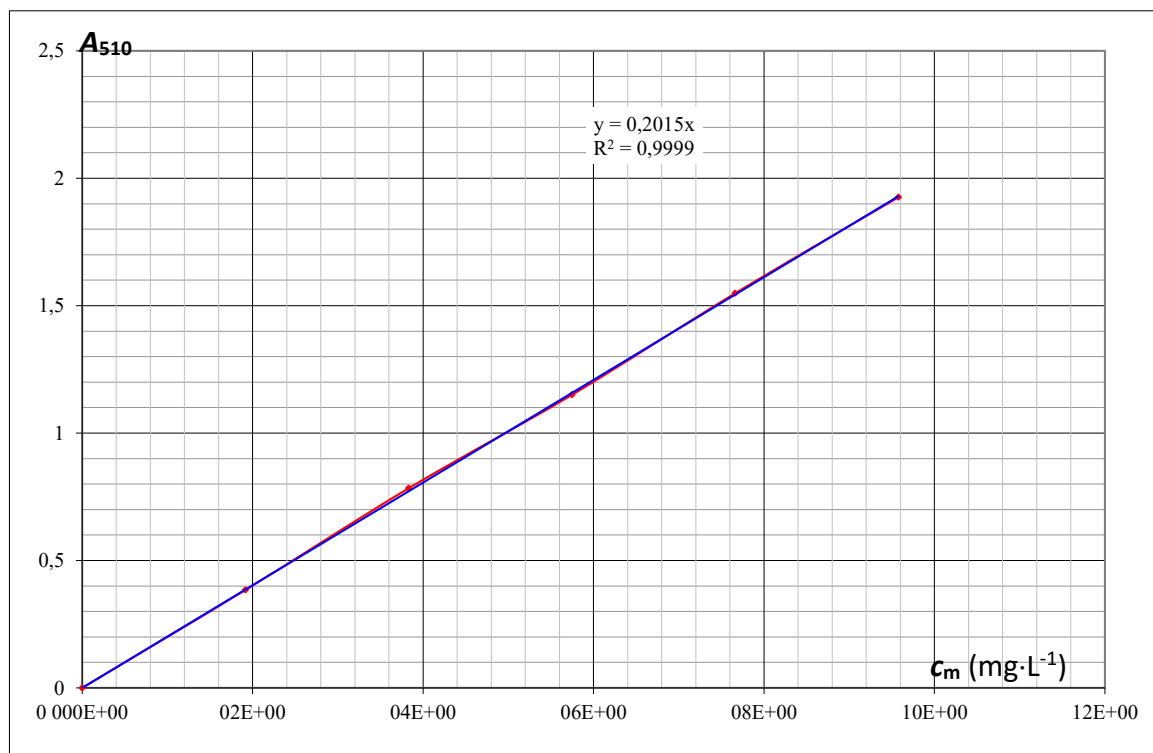
Exploiter les résultats

$$[\text{Fe}^{2+}]_{\text{Mohr}} = c_{\text{Mohr}} = \frac{c_{\text{m, Mohr}}}{M_{\text{Mohr}}} = \frac{0,35}{392,1} = 8,9 \times 10^{-4} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}.$$

$$c_{\text{m, } i} = \frac{[\text{Fe}^{2+}]_{\text{Mohr}} \times M(\text{Fe}) \times V_{\text{s, } i}}{V_{\text{T}}} = \frac{4,98 \times 10^{-2} \times V_{\text{s, } i}}{13} \text{ avec } V_{\text{s, } i} \text{ en mL.}$$

Tube à essais	1	2	3	4	5
c_{m} (en $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	1,9	3,8	5,7	7,7	9,6
$A_{510, i}$	0,3845	0,7837	1,1502	1,5489	1,9258

Pour le tube à essais n° 6, l'absorbance est : $A_{510, 6} = 0,9492$.



L'équation de la droite obtenue est : $A_{510} = 0,2015 \times c_{\text{m}}$ avec c_{m} en $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$.

La concentration $c_{\text{m, } 6}$ en ions fer (II) dans la solution du tube à essais n° 6 est donnée par la relation :

$$c_{\text{m, } 6} = \frac{A_{510, 6}}{0,2015} = \frac{0,9492}{0,2015} = 4,7 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$$

Conclure

La solution du tube à essais n° 6 a été préparée en ajoutant 2,5 mL de solution S_0 , le volume final de ce tube étant de 13 mL.

$$\text{D'où : } [\text{Fe}^{2+}]_{S_0} = \frac{V_{\text{T}} \times c_{\text{m, } 6}}{V_{\text{s, } 6}} = \frac{13 \times 4,7}{2,5} = 24 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$$

La solution S_0 a été préparée en dissolvant le contenu d'une gélule dans 2,00 L d'eau :

$$[\text{Fe}^{2+}]_{S_0} = \frac{m_{\text{fer}}}{2,00}$$

D'où : $m_{\text{fer}} = 24 \times 2,00 = 48 \text{ mg}$

Une gélule de TimoFero^l® contient donc 48 mg de fer.

La masse de fer trouvée expérimentalement correspond bien à l'indication portée sur la boîte de TimoFero^l® (50 mg de fer).

L'écart obtenu est dû à l'incertitude :

- sur le volume de la fiole jaugée lors de la préparation de la solution S_0 ;
- sur les volumes prélevés lors de la préparation de la gamme étalon ;
- sur la concentration de la solution de sel de Mohr.