

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



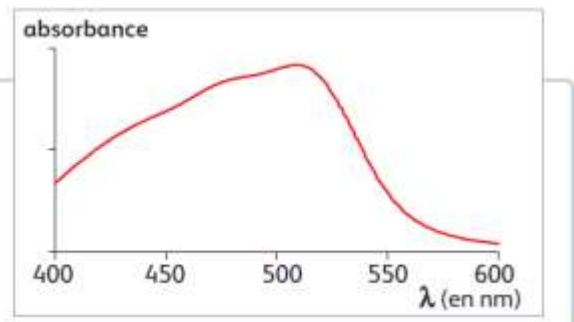
Doc. 2 Solutions et matériel disponibles

- 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

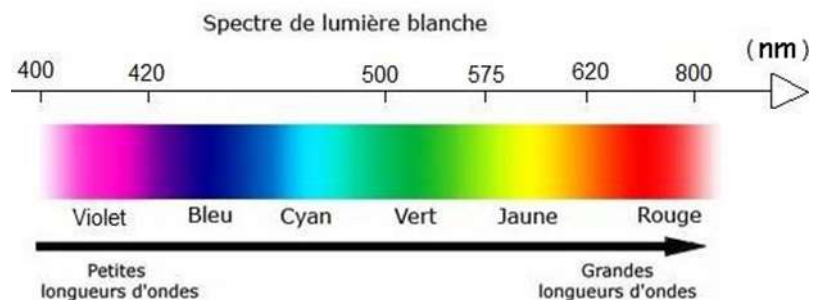
L'orthophénantroline est une espèce chimique qui réagit avec les ions Fe^{2+} afin de former une espèce très colorée. La figure ci-contre représente le spectre UV-visible d'une solution contenant :

- 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

- a. Quelle est la principale méthode de dosage d'une solution d'une espèce colorée ? Décrire brièvement la méthode.

On utilise un dosage par étalonnage spectrophotométrique.

Pour cela, on mesure l'absorbance de la solution inconnue pour une longueur d'onde bien choisie et on compare à une gamme de solution de concentrations connues préalablement préparées.

- b. 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 ?

La loi de Beer-Lambert annonce : $A = k \cdot C$. L'absorbance est donc proportionnelle à la concentration de la solution.

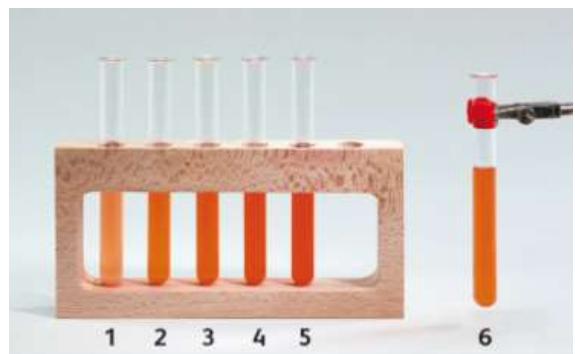
- c. Pour doser la solution S_g décrite dans le document 2 obtenue par dissolution de la gélule, déterminer quelle est l'espèce dont la concentration doit varier dans la gamme de solution à fabriquer. A partir de quelle solution S_0 doit on fabriquer la gamme de solution ?

On veut doser les ions fer II (Fe^{2+}). Il faut faire donc varier la concentration en ions Fe^{2+} .

- d. 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 ?

La solution préparée absorbe significativement les radiations de longueur inférieures à 550nm. Elle apparaîtra donc de la couleur complémentaire de ces radiations, soit jaune + rouge = orange.

On choisit la longueur d'onde pour laquelle l'absorption est maximale, soit $\lambda = 510$ nm (lumière verte)



2. Réaliser

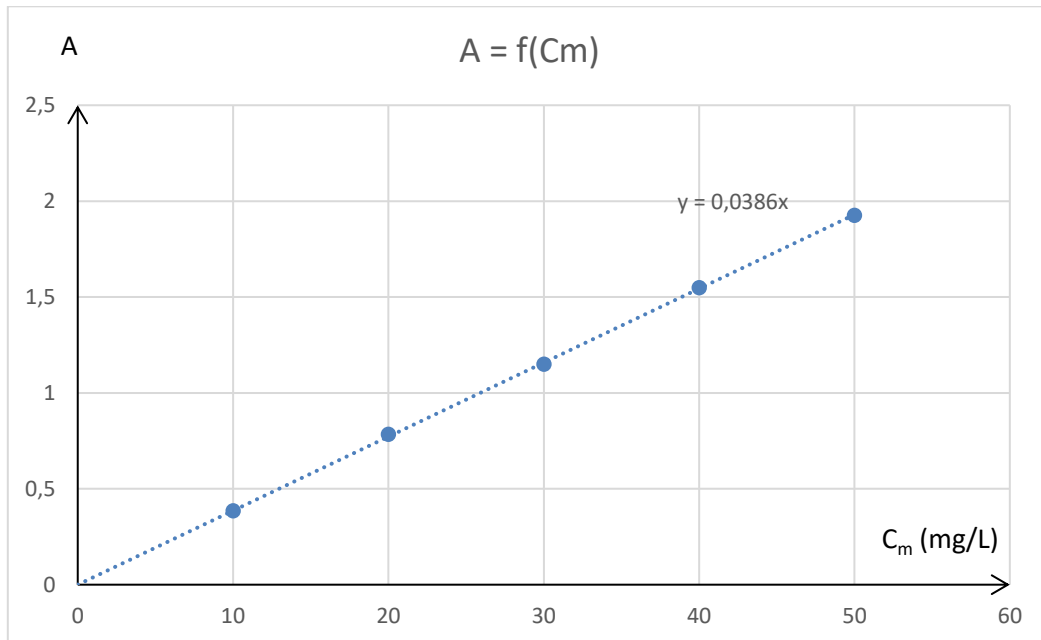
- a. Déterminer les volumes à mélanger de solution S_0 de sel de Mohr décrite dans le document 2 et d'eau pour fabriquer la gamme de solution à utiliser. Le volume total du mélange doit être égal à 2,5mL. Remarque : la solution S_0 a une concentration de $350\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de sel de Mohr 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)	2,5	2	1,5	1	0,5
V_{eau} (mL)	0	0,5	1,0	1,5	2,0
Facteur de dilution	1	1,25	1,67	2,5	5
Concentration C_m ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	50	40	30	20	10

- b. Préparation de la gamme d'étalonnage
- Numéroter 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
F	1	1,25	1,67	2,5	5
C _m	50	40	30	20	10
A	1,93	1,55	1,15	0,78	0,38



- d. Modéliser la courbe obtenue

$$A = 3,86 \times 10^{-1} \times C_m$$

- 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.

Mesure : $A_6 = 0,95$

3. Validation :

- a. Déterminer la concentration massique en fer II de la solution S_g .

$$C_{S_g} = \frac{A_6}{3,86 \times 10^{-2}} \quad \text{A.N.} \quad C_{S_g} = \frac{0,95}{3,86 \times 10^{-2}} = 24,6 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$$

- b. Calculer la masse d'ion fer II présente dans une gélule.

$$m = C_{S_g} \cdot V_S \quad \text{A.N.} \quad m = 24,6 \times 2,0 = 50 \text{ mg}$$

- c. Comparer avec les informations de l'étiquette du médicament.

Les résultats coïncident avec ceux annoncées.