

TP 12 - Révisions sur les dosages

Dosage iodométrique de la vitamine C

Techniques et méthodes à acquérir :

▷ Dosage en deux étapes ;

▷ Dilution;

▶ Estimation d'incertitude par méthode statistique;

 \triangleright Comparaison à une valeur attendue, z-score.

Matériel sur le bureau :

 $\,\rhd\,$ Tube de comprimés de vitamine C UPSA ;

 \triangleright Solution de diiode à $1,00 \cdot 10^{-2} \,\mathrm{mol} \cdot \mathrm{L}^{-1}$;

 \triangleright Thiosulfate de sodium à $1,00 \cdot 10^{-2} \,\mathrm{mol} \cdot \mathrm{L}^{-1}$;

▶ Thiodène.

Matériel sur votre paillasse :

⊳ Pipettes jaugées de 10 et 20 mL;

⊳ Fiole jaugée de 100 mL;

▷ Burette graduée;

▷ Cinq béchers;

▶ Mortier et pilon;

▷ Une spatule;

▷ Entonnoir et support ;

▶ Petit morceau de coton;

▶ Baguette de verre ;

▶ Agitateur magnétique.

Sécurité:







- ▶ Port obligatoire de la blouse et des lunettes de protection;
- ▷ Verser les solutions contenant de l'iode dans le bidon de récupération.

Compétence(s) évaluée(s) :	тв	S	Р	ı	Š
Réaliser : Estimer une incertitude-type par une approche statistique; Valider : Comparer une valeur expérimentale et une valeur attendue en s'appuyant sur un calcul de z -score.	4	3	2	1	0

Ce TP a pour objectif de vérifier que la masse de vitamine C contenue dans un comprimé est bien de $500\,\mathrm{mg}$, comme indiqué sur la boîte.

- ${\bf 1}$ Pour quoi n'est-il pas possible de simplement procéder par pesée d'un comprimé ?
- ${\bf 2}$ Justifier la nécessité d'un dosage en deux étapes.
- 3 Écrire l'équation bilan des deux étapes du dosage. Justifier qu'elles sont quantitatives.
- 4 Exprimer littéralement la masse m_0 de principe actif dans la comprimé en fonction du volume équivalent $V_{\rm E}$ du dosage de (S_3) (les notations sont celles du document 4).
- ${f 5}$ Justifier les points numérotés ${f ©}$ à ${\bf @}$ du document 4. Rédiger un protocole pour la dilution au dixième, en explicitant la verrerie utilisée.
- $\bf 6$ Procéder au dosage et conclure. On rappelle que, selon la législation, la teneur en principe actif d'un médicament ne peut différer de plus de $5\,\%$ de la valeur annoncée par le fabricant.

Document 1 : Acide ascorbique

La molécule de vitamine C est appelée acide ascorbique. Sa formule brute est $C_6H_8O_6$ (masse molaire $M=176\,\mathrm{g\cdot mol^{-1}}$) et sa formule semi-développée est représentée ci-dessous. Pour faire plus simple, nous le noterons tout simplement H_2 Asc. C'est une molécule très soluble dans l'eau : on peut en dissoudre plus de 300 g par litre d'eau.

Sur le plan chimique, il s'agit d'un diacide faible. Un comprimé de vitamine C est en fait un mélange d'acide ascorbique et d'ascorbate de sodium dans des quantités telles que la dissolution d'un comprimé donne un pH de 4,4, ce qui correspond environ au pH de l'estomac en début de digestion. On admet que ces propriétés ne jouent aucun rôle dans le dosage envisagé.

L'acide ascorbique possède également des propriétés d'oxydoréduction, plus intéressantes ici, pour lesquelles toutes les formes acido-basiques se comportent de la même façon. L'acide ascorbique est le réducteur du couple ${\rm Asc/H_2Asc}$ (potentiel standard 0,13 V) associé à la demi-équation redox

HOH₂C OH HOH₂C O
$$+2H^+ + 2e^{-2H^+}$$

que l'on note sous forme symbolique

$$H_2 Asc \longrightarrow Asc + 2 H^+ + 2e^-$$
.

Les réactions d'oxydoréductions dans lesquelles intervient l'acide ascorbique sont généralement lentes : en laboratoire, elles se font en quelques minutes avec agitation.

Document 2: lode

Le potentiel standard du couple I_2/I^- vaut 0,62 V. C'est une valeur intermédiaire dans l'échelle des potentiels, ce qui permet au couple de réagir aussi bien dans le sens de l'oxydation que de la réduction.

Les solutions de diiode se caractérisent par leur couleur brune foncée. Lorsque la concentration en diiode est très faible, la teinte de la solution tend vers le jaune pâle. Pour mettre en évidence la présence du diiode, on peut alors utiliser de l'empois d'amidon ou du thiodène, qui est un mélange d'empois d'amidon et d'urée. Il se forme alors un complexe amidon-iode à la couleur bleue foncée très intense.

Dans le cadre d'un dosage, l'empois d'amidon n'est à ajouter **qu'au voisinage de l'équivalence**, lorsque la solution est très pâle. Si une trop grande quantité de diiode réagit avec l'empois d'amidon, la cinétique de la réaction de complexation ralentit, ce qui peut fausser le repérage du changement de teinte.

Document 3: Thiosulfate

Le thiosulfate est un ion qui a pour formule $S_2O_3^{2-}$. Il intervient dans plusieurs couples d'oxydoréduction grâce aux deux atomes de soufre, ce qui lui confère des propriétés très riches. Le solide le plus classique dans lequel il apparaît est le thiosulfate de sodium, $Na_2S_2O_3$. C'est un composé très soluble dans l'eau.

Un seul couple suffit à décrire le comportement du thiosulfate en présence de réducteurs doux comme peut l'être le diiode et dans une solution basique ou modérément acide. Le thiosulfate est le réducteur du couple $S_4O_6^{2-}/S_2O_3^{2-}$, de potentiel standard égal à $0.08\,\mathrm{V}$.

Document 4 : Protocole expérimental

- ▶ Broyer un comprimé de vitamine C dans un mortier. Introduire la poudre dans un bécher de 100 mL et la dissoudre dans 20 à 30 mL ① d'eau distillée.
- \triangleright Filtrer la solution obtenue au travers du morceau de coton en récupérant le filtrat dans une fiole jaugée de $100\,\mathrm{mL}$. L'écoulement est lent, on peut donc agiter avec une baguette en verre en veillant à ne pas percer le filtre. Rincer \bigcirc le bécher, le mortier et le pilon au dessus du filtre \bigcirc . Compléter avec de l'eau distillée. La solution obtenue est appelée (S_1) .
- \triangleright Réaliser une dilution au dixième de la solution (S_1) , ce qui forme la solution (S_2) .
- Dans un bécher, introduire à la pipette jaugée 20,0 mL de la solution (S_2) et 10,0 mL de la solution de diiode. La solution obtenue est appelée (S_3) . Placer sous agitation et attendre quelques minutes 4.
- \triangleright Doser la solution (S_3) par le thiosulfate de sodium.

