Dosage par étalonnage des ions fer (II) dans un comprimé de Tardyferon®

Originellement, nous souhaitions doser par titrage les ions fer (II) dans un médicament par manganimétrie pour éviter le dosage prototypique des ions fer (II) dans une solution de sulfate de fer (II).

Nous nous sommes intéressés au Tardyferon®. Il s'agit d'un médicament qui contient l'élément fer sous forme d'ions fer (II) (80 mg en ions fer (II) par comprimé). Le résultat du dosage par titrage maganimétrique n'était pas satisfaisant en raison notamment de la présence d'acide ascorbique dans les excipients...

Nous avons donc opté pour un dosage par étalonnage utilisant l'o-phénanthroline. Nous vous proposons une manipulation, peu décrite dans la littérature pour vérifier la teneur en élément fer dans un comprimé de Tardyferon®. Cette manipulation ne présente pas de difficulté majeure. Pour les élèves, la principale difficulté réside dans la compréhension du rôle de l'ajout d'o-phénanthroline.

Cette manipulation permet de vérifier la loi de Beer-Lambert ; elle est destinée à des élèves de Terminale S (enseignement obligatoire ou de spécialité)[1]. Elle peut être retravaillée pour s'inscrire dans le cadre de la démarche d'investigation et nécessite une durée de 1 h 30 à 2 h.

Je tiens à remercier Mme Maud Rubio pour sa relecture et Mme Pascale Pubert pour son aide technique lors de la mise au point de cette expérience.

Figure 1 : Comprimés de Tardyferon®

Le fer est un élément vital...et toxique pour la santé. Il intervient dans de nombreuses réactions biochimiques et permet, notamment, le transport du dioxygène par l'hémoglobine des globules rouges. Les besoins en fer sont de l'ordre de 1 mg/jour chez l'homme et de 2 à 4 mg/jour chez la femme et l'enfant. L'anémie par carence en fer peut être due à un apport alimentaire insuffisant en fer et/ou un accroissement des besoins en fer (femme enceinte par exemple). La seule thérapeutique consiste en l'administration de fer par voie orale. Le Tardyferon® est un médicament qui contient l'élément fer sous forme d'ions fer (II) : $Fe^{2\oplus}$. Il se présente sous forme de comprimés, dont l'enrobage contient un colorant alimentaire (code E127) de couleur rose. La notice de ce médicament mentionne la composition quantitative d'un comprimé ; « sulfate ferreux sesquihydraté : 256,30 mg soit 80 mg en ions $Fe^{2\oplus}$ ». Nous proposons de vérifier la teneur en élément fer dans ce comprimé.

[1] Il convient de noter qu'elle pourra être mise en œuvre en 1ère dès la rentrée de septembre 2011.

1. Principe

En présence d'o-phénanthroline, les ions $Fe^{2\oplus}$ réagissent avec apparition d'un complexe de coloration rouge-orangé. La concentration massique en ions $Fe^{2\oplus}$ d'une solution peut alors être déterminée par la mesure de son absorbance si on a réalisé une échelle de teintes dans un domaine de concentration massique adéquat.

2. Préparation de l'échelle de teintes

À partir de sel de Mohr, on prépare une solution S de concentration massique 20,0 $mg.L^{-1}$ en ions $Fe^{2\oplus}$. On réalise les mélanges présentés dans le tableau, on les complète à 50,0 mL avec de l'eau distillée.

Mélange n°	1	2	3	4	5	6	7	8
Volume de S (en mL)	12,0	10,0	9,0	8,0	7,0	4,0	2,0	1,0
Volume d'o-phénanthroline à $7{,}0\times10^{-3}$ $mol.L^{-1}$ (en mL)	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Volume d'hydroquinone[2] à 1% (en mL)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Volume d'eau distillée (en mL)	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp
Volume total (en mL)	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0

On mesure l'absorbance A, à 500 nm, de chaque solution obtenue grâce à un spectrophotomètre. Nous avons obtenu les résultats suivants :

Mélange n°	1	2	3	4	5	6	7	8
[$Fe^{2\oplus}$] (en $mg.L^{-1}$)	4,80	4,00	3,60	3,20	2,80	1,60	$8{,}00\times10^{-1}$	$4{,}00\times10^{-1}$
Absorbance A	0,990	0,865	0,770	0,668	0,590	0,365	0,182	0,090

[2] Les ions $Fe^{2\oplus}$ sont facilement oxydés à l'état d'ions fer (III) ; $Fe^{3\oplus}$. Afin d'éviter cette oxydation, on ajoute, dans la solution d'ions $Fe^{2\oplus}$, un réducteur approprié en excès, l'hydroquinone. L'hydroquinone restante n'absorbe pas à la longueur d'onde de 500 nm et la forme oxydée de l'hydroquinone non plus.

Figure 2 : Echelle de teintes

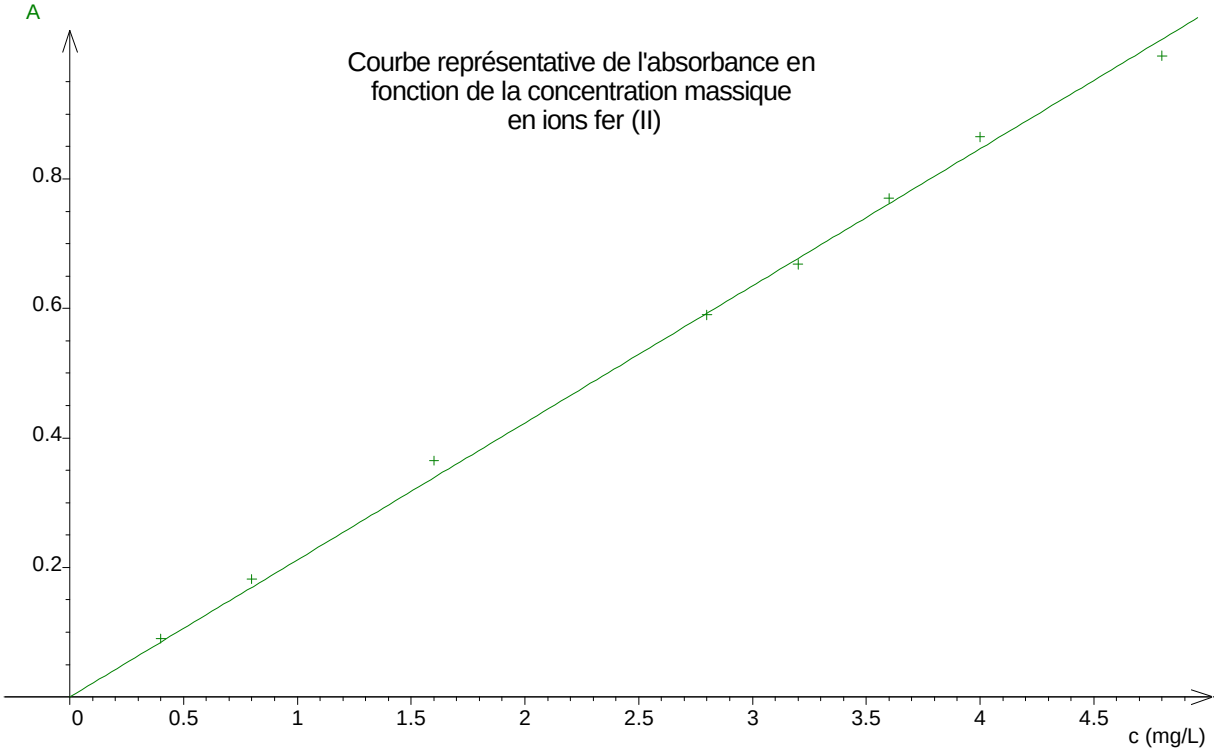

Figure 3 : Courbe d'étalonnage

3. Détermination expérimentale de la teneur en élément fer

On lave rapidement à l'eau distillée un comprimé de façon à retirer la totalité du colorant. On écrase ensuite ce comprimé dans un mortier. La totalité du comprimé écrasé est introduite dans une fiole jaugée de 100,0 mL. On ajoute 1,0 mL d'hydroquinone et quelques gouttes d'acide chlorhydrique à 0,10 $mol.L^{-1}$ puis complète avec de l'eau distillée. On agite longuement la solution (au moins 20 minutes). On prélève 5,0 mL du contenu de cette fiole jaugée. Ce volume est introduit dans une nouvelle fiole jaugée de 100,0 mL. On complète avec de l'eau distillée. Soit S_0 la solution incolore obtenue.

On réalise ensuite le mélange suivant :

Volume de S_0 (en mL)	5,0
Volume d'o-phénanthroline à $7{,}0\times10^{-3}$ mol.L^{-1} (en mL)	2,0
Volume d'hydroquinone à 1% (en mL)	1,0
Volume d'eau distillée (en mL)	qsp
Volume total (en mL)	50,0

On mesure l'absorbance A du mélange précédent à 500 nm. Une expérience a conduit à une absorbance A = 0,753 soit une concentration massique en ions fer (II) de 3,55 mg.L^{-1}.

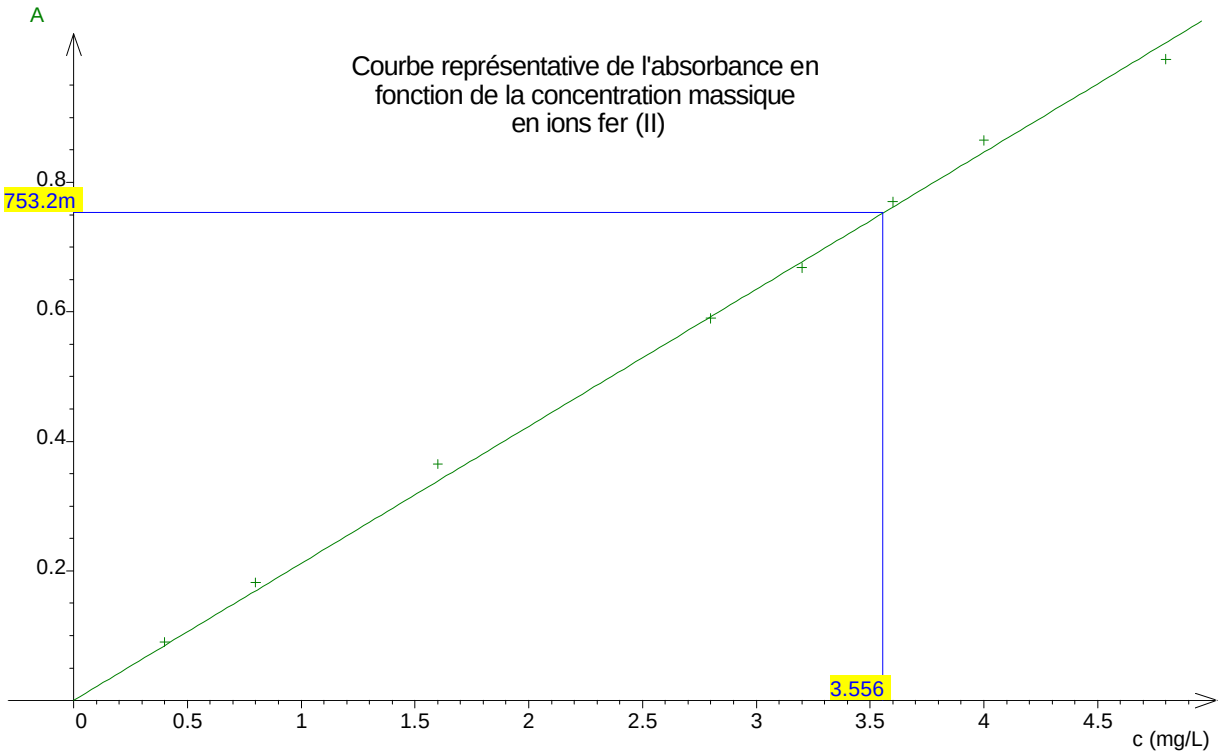

Figure 4 : Utilisation de la courbe d'étalonnage

La solution mère est 200 fois plus concentrée soit [$Fe^{2\oplus}$] = $7{,}1\times10^{2}$ mg.L^{-1} et contient une masse de fer de 71 mg.

Nous vérifions donc l'indication portée par l'étiquette avec un écart relatif de l'ordre de 10 %… avec une seule mesure. Pour aller plus loin, il serait intéressant de multiplier les mesures et de faire une analyse statistique des résultats pour déterminer la masse de fer dans un comprimé avec un niveau de confiance de 95 %…

Nicolas BROSSAUD
Lycée Jules Rieffel
44817 Saint-Herblain