TP n° 5 – Dosage iodométrique d'un comprimé de vitamine C

Le comprimé contient-il les 500 mg de vitamine C annoncés ?

Matériel disponible

Verrerie et matériel

Pipettes jaugées de 10 et 20 mL, propipette
Fiole jaugée de 100 mL et burette graduée
Cinq béchers, mortier et pilon

Entonnoir et support, baguette de verre
Agitateur magnétique, barreau aimanté, spatule

Réactifs et consommables

Un comprimé de vitamine C dosé à 500 mg
Solution de diiode à $1{,}00 \times 10^{-2}\,\text{mol}\,\text{L}^{-1}$
Solution de thiosulfate de sodium à $1{,}00 \times 10^{-2}\,\text{mol}\,\text{L}^{-1}$
Thiodène, petit morceau de coton
Eau distillée

Introduction

Objectifs du TP. Réaliser un dosage en retour, repérer l'équivalence par un changement de couleur et déterminer la masse de vitamine C dans un comprimé.

Principe du dosage en retour

On ajoute à l'espèce à doser une **quantité connue d'un réactif en excès**. Lorsque l'espèce à doser a entièrement réagi, il reste une partie du réactif ajouté. On détermine cette quantité restante par un titrage. Par différence, on obtient la quantité de réactif consommée lors de la première réaction :

$$n_{\text{consommé}} = n_{\text{ajouté}} - n_{\text{restant}}.$$

Ici, le réactif ajouté en excès est le **diiode**. Il réagit avec la vitamine C en quelques minutes. On titre ensuite le diiode restant avec les **ions thiosulfate**. L'équation de la première réaction permet de relier la quantité de diiode consommée à celle de vitamine C dans le prélèvement.

On représente la vitamine C par H_2Asc et sa forme oxydée par Asc. La masse de vitamine vaut $M = 176{,}1\,\text{g}\,\text{mol}^{-1}$.

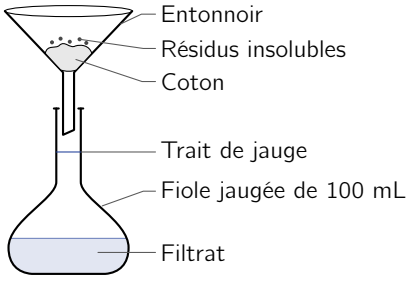
Couple Ox/Red	Demi-équation de réduction
Asc/H_2Asc	$Asc + 2\,H^+ + 2\,e^- = H_2Asc$
I_2/I^-	$I_2 + 2\,e^- = 2\,I^-$
$S_4O_6^{2-}/S_2O_3^{2-}$	$S_4O_6^{2-} + 2\,e^- = 2\,S_2O_3^{2-}$

1. Pourquoi la pesée du comprimé entier ne donne-t-elle pas la masse de vitamine C qu'il contient ?

2. Écrire l'équation de la réaction d'oxydoréduction entre la vitamine C et le diiode, puis celle du titrage du diiode restant par les ions thiosulfate.

Protocole

★ **Préparer la solution S_1.** Broyer un comprimé au mortier. Transférer la poudre dans un bécher et agiter avec 20 à 30 mL d'eau distillée. Filtrer sur un petit morceau de coton placé dans un entonnoir et recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 100,0 mL. Rincer le mortier, le pilon, le bécher et le coton à l'eau distillée en recueillant les eaux de rinçage dans la fiole. Compléter au trait de jauge, boucher et homogénéiser.

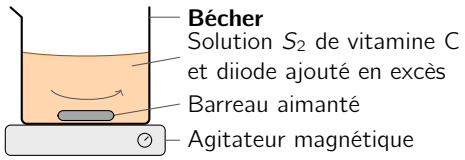


Filtration sur coton.

3. Pourquoi recueille-t-on les eaux de rinçage dans la fiole contenant le filtrat ?

★ **Diluer au dixième.** Transvaser S_1 dans un bécher propre et sec, puis rincer la fiole à l'eau distillée. Prélever 10,0 mL de S_1 à la pipette jaugée et les introduire dans la fiole de 100,0 mL. Compléter au trait de jauge, boucher et homogénéiser. On obtient la solution S_2.

★ **Ajouter le diiode.** Dans un bécher, introduire à la pipette jaugée $V_p = 20{,}0\,\text{mL}$ de S_2, puis $V_I = 10{,}0\,\text{mL}$ de solution de diiode de concentration $C_I = 1{,}00 \times 10^{-2}\,\text{mol L}^{-1}$. Agiter avec un barreau aimanté pendant quelques minutes. Observer la coloration due au diiode restant.



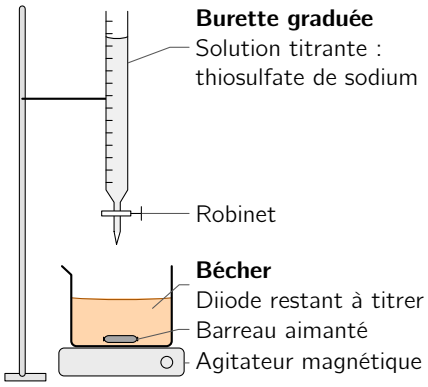
Réaction sous agitation, avant le titrage.

Titrage du diiode restant

★ Rincer la burette avec la solution de thiosulfate de sodium de concentration $C_T = 1{,}00 \times 10^{-2}\,\text{mol L}^{-1}$, puis la remplir. Purger la pointe et ajuster le bas du ménisque à la graduation zéro.

★ Sous agitation, verser le thiosulfate jusqu'à ce que le mélange devienne jaune pâle. Ajouter une pointe de spatule de thiodène : en présence de diiode, le mélange devient bleu.

★ Poursuivre goutte à goutte jusqu'à la **disparition persistante de la coloration bleue**. Lire directement sur la burette le volume versé à l'équivalence, noté V_{eq}.



Montage au début du titrage.

Volume versé à l'équivalence : $V_{eq} = \ldots\ldots\ldots\ldots$ mL

Exploitation des mesures

4. Calculer la quantité de diiode $n_{\text{ajouté}}$ introduite dans le bécher. À partir de l'équation du titrage, exprimer la quantité de diiode n_{restant} présente juste avant le titrage en fonction de C_T et de V_{eq}. Calculer sa valeur.

5. Par différence, déterminer la quantité de diiode consommée par la vitamine C. En déduire la quantité de vitamine C dans les 20,0 mL de solution S_2 prélevés.

6. À quel volume de S_1 correspondent ces 20,0 mL de S_2 ? En déduire la quantité de vitamine C dans les 100,0 mL de S_1, puis la masse m de vitamine C dans le comprimé, en milligrammes.

7. Calculer l'écart relatif à la valeur indiquée sur l'emballage.

$$\varepsilon = \frac{|m - m_{\text{annoncée}}|}{m_{\text{annoncée}}} \times 100 \qquad \text{avec} \qquad m_{\text{annoncée}} = 500\,\text{mg}.$$

Pour ce TP, on retient un écart relatif maximal de 5 %. Conclure au regard de ce critère.

8. Si une goutte de thiosulfate est ajoutée en trop en fin de titrage, le volume V_{eq} est-il surestimé ou sous-estimé ? En déduire dans quel sens cela modifie la masse calculée. Citer une autre source d'incertitude expérimentale.

Résultat expérimental

Masse de vitamine C par comprimé : $\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots$ mg Écart relatif : $\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots$ %