1

e thiosulfate décrit par la

hangement de couleur de

de repérer l'équivalence pit l'ajouter que lorsqu'il : « jaune paille » selon

itre la prolifération des ide inorganique qui agit également utilisée dans ite du champ opératoire, rd » et « sa viscosité lui

 $100,0 \pm 0,1) \text{ mL}$

ř

Ι.-

Titrage de la vitamine C dans un comprimé de Vitascorbol®, (iodométrie, ICFR 1)

3 F.13

Durée : Préparation 20 min Manipulation 10 min Bibliographie : [5] [14] [19] [27]

Prérequis	Objectifs	Thème d'enseignement
Savoir : - effectuer une pesée ; - faire une dissolution.	- Doser un produit utilisé dans la vie courante.	- Dosages - Iodométrie - Contrôle qualité

Matériel

3 A +:

erlen gradué de 250 mL, avec bouchon ou film étirable (thios., VitC, Iode) 3

Réactifs

vitamine C à 500 mg, tamponnée, à croquer, 2 Na₂S₂O₃ 5 H₂O thiosulfate de sodium, \sim 2 g, KI, iodure de potassium à 5 %, 50 mL, I₂ dans KI, 0,05 mol·L⁻¹, 100 mL, amidon soluble ou thiodène®

Principe

La vitamine C, ou acide L-ascorbique, peut être dosé en retour par iodométrie.

Un excès de solution d'ions triiodure est ajouté à la solution d'acide ascorbique. Une partie de ces ions est réduite en ions iodure. On dose la partie n'ayant pas réagi à l'aide d'une solution d'ions thiosulfate. L'équation stœchiométrique de la réaction du titrage est :

$$2 S_2 O_3^{2-}(aq) + I_{2(aq)} = S_4 O_6^{2-}(aq) + 2 I_{(aq)}^{-}$$

Mode opératoire

a) Préparation de 200 mL de solution à 0,05 mol·L⁻¹ de thiosulfate de sodium & 🖑

Préparer et étalonner 200 mL de solution à 0,05 mol·L⁻¹ de thiosulfate de sodium d'après le protocole de la fiche 3 B.3, p. 127.

b) Préparation de 100 mL d'une solution d'acide ascorbique 🗸 🖑

Écraser dans un mortier un comprimé de vitamine C et transférer la poudre dans une fiole jaugée de 100 mL. Récupérer l'eau de rinçage du mortier, homogénéiser, ajuster le niveau jusqu'au trait de jauge. Transvaser dans un erlen bouché.

c) Préparation de 100 mL de solution à 0,05 mol·L-1 de l2 dans KI & 🖑

Préparer et étalonner 100 mL de solution à environ 0,05 mol·L⁻¹ de diiode (dans KI) d'après le protocole de la fiche 3 B.4, p. 129.

d) Titrage en retour de l'acide L-ascorbique (ICFR) & 🖑

Introduire 20,0 mL de solution d'acide ascorbique dans le récipient de dosage. Ajouter 20,0 mL de solution de diiode puis doser par la solution de thiosulfate placée dans la burette.

Voir Avertissement.

En prenant de la vitamine C tamponnée, on peut faire exécuter en parallèle un dosage par acidimétrie (cf. [17], p. 249). Cela fait réfléchir!

Compléments théoriques

La fiche 2 B.6, p. 109, décrit les méthodes de titrage par iodométrie.

Avec un potentiel de référence égal à 0,13 V, l'acide ascorbique peut être oxydé par une solution de diiode dont le potentiel est de 0,54 à 0,62 V, selon le milieu.

Cependant, un titrage direct n'est pas facile à réaliser; on effectue donc un titrage par différence: l'acide ascorbique contenu dans un volume de solution donné réagit avec une quantité connue de solution de diiode; la quantité de diiode ajoutée est supérieure à la quantité nécessaire pour oxyder tout l'acide ascorbique présent dans la prise d'essai; on dose l'excès de solution de diiode par une solution de thiosulfate de sodium de titre connu.

Dans les réactions mises en jeu, nous symbolisons l'acide ascorbique, réducteur du couple, par AscH₂ et l'acide déhydroascorbique, oxydant, par Asc.

$$Asc + 2 H^{+} + 2 e^{-} = AscH_{2}$$

 $I_{2} + 2 e^{-} = 2 I^{-}$

L'iode oxyde AscH₂ selon la réaction d'équation stœchiométrique :

$$AscH_2 + I_2 = Asc + 2 H^+ + 2 I^-$$

 $n_{AscH_2} = V_{AscH_2} C_{AscH_2} = n_{1I_2}$

La quantité de diiode ajoutée est : $n_{\rm I_2} = V_{\rm I_2}$ $C_{\rm I_2}$; ce qui n'a pas réagi avec AscH₂ réagi avec la solution de thiosulfate de titre connu : $n_{\rm S_2O_3^2-} = V_{\rm \acute{e}q}$ $C_{\rm S_2O_3^2-} = 2$ $n_{\rm ZI_2}$ avec $n_{\rm I_2} = n_{\rm II_2} + n_{\rm ZI_2}$ $n_{\rm S_2O_3^2-} = V_{\rm \acute{e}q}$ $C_{\rm S_2O_3^2-} = V_{\rm \acute{e}q}$ $C_{\rm S_2O_3^2-} = V_{\rm \acute{e}q}$ $V_{\rm S_2O_3^2-} = V_{\rm \acute{e}q}$

D'où l'on déduit facilement :
$$C_{AscH_2} = \frac{C_{l_2}V_{l_2} - \frac{C_{S_2O_3}^{2-}V_{\acute{e}q}}{2}}{V_{AscH_2}}$$
 [1]

Ce couple est un exemple de réaction d'oxydoréduction décrite par un transfert d'hydrogène, ce qui est bien mis en évidence par le nom de l'espèce oxydante : acide déhydroascorbique ou acide ascorbique « déshydrogéné », c'est-à-dire ayant cédé deux atomes d'hydrogène.

Compléments pratiques

Lors de la préparation de la solution d'acide L-ascorbique, si l'excipient n'est pas complètement dissous, on peut filtrer la solution sur du papier filtre placé dans un entonnoir. Ne pas oublier alors de rincer abondamment filtre et entonnoir afin de récupérer toute la poudre obtenue par broyage du comprimé.

La solubilité de l'acide ascorbique dans l'eau est de 300 g·L-1.

 $E_1^0 = 0.13 \text{ V}$

Acide ascorbique Forme réduite, AscH2

ydé par une solution de

titrage par différence : ine quantité connue de nécessaire pour oxyder ition de diiode par une

lucteur du couple, par

c AscH₂ réagi avec la $n_{1I_2} + n_{2I_2}$

ert d'hydrogène, ce qui roascorbique ou acide

l'est pas complètement ir. Ne pas oublier alors obtenue par broyage du

Avec de la vitamine C « tamponnée », la moitié de l'acide est déjà transformée en ascorbate de sodium. De ce fait, on peut faire réaliser par les élèves (étudiants) ce titrage non seulement par iodométrie mais aussi par acidimétrie 1. Cela permet de leur montrer que ce dernier conduit à deux fois moins de « vitamine C », puisque dans ce cas on ne dose que la forme acide de l'acide ascorbique.

On peut aussi utiliser des comprimés effervescents mais ils sont nettement plus colorés. Par contre la mise en solution se fait par simple dissolution dans un bécher. La solution est ensuite transférée dans une fiole jaugée, sans aucune perte, afin d'ajuster le volume à une valeur précise. Si la couleur de la solution est trop intense, il est conseillé d'utiliser de l'empois d'amidon ou du thiodène® pour améliorer la détermination du point de fin de réaction.

Compléments culturels

Une vitamine est une substance dont :

- certains organismes ne peuvent pas faire la synthèse;
- la présence, à dose minime, dans l'alimentation est indispensable au maintien de l'équilibre vital ;
- l'absence provoque des maladies dites de carence.

La vitamine C est très largement présente dans la nature. Les quantités de vitamine C dont l'homme a besoin sont sensiblement supérieures à celles des autres vitamines : 50 à 100 mg par jour. Jouant le rôle de transporteur d'hydrogène, elle est indispensable dans un très grand nombre de réactions biochimiques : c'est un antioxydant qui, en particulier maintient le fer au degré d'oxydation II. Sa carence provoque le scorbut qui induit des troubles dus à une altération du collagène, [42].

Contrairement au nom qu'ils portent, les acides ascorbique et déhydroascorbique ne comportent pas de groupement acide carboxylique.

La vitamine C est un additif alimentaire : il porte le code E 300 sous forme acide ascorbique, E 301 sous forme ascorbate de sodium et E 302 sous forme d'ascorbate de calcium.



Mesures

M_{Acide ascorbique}:

 $M_{\text{AscH}_2} = 176,0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$

Volume de solution : $V = (100,0 \pm 0,1) \text{ mL}$

Volume prise d'essai : $V_{AscH_2} = (20,00 \pm 0,03)$ mL Volume de solution I_2 : $V_{I_2} = (20,00 \pm 0,03)$ mL

Volume équivalent moyen : $V_{\text{éq}} = (18,5 \pm 0,1) \text{ mL}$

Titre de la solution de thiosulfate :

 $C_{\text{S}_2\text{O}_3^{2-}} = (5.18 \pm 0.06).10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Titre de la solution de diiode :

 $C_{\rm I_2} = (5.2 \pm 0.1) \cdot 10^{-2} \, \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$

Titre de la solution d'acide L-ascorbique dans un comprimé de vitamine C :

$$C_{\text{AscH}_2} = \frac{C_{\text{l}_2} V_{\text{l}_2} - \frac{C_{\text{S}_2 \text{O}_3}^{2-}} V_{\text{eq}}}{2}}{V_{\text{AscH}_2}} \quad \text{et} \quad \Delta C_{\text{AscH}_2} = C_{\text{AscH}_2} \left[\frac{\Delta C_{\text{l}_2}}{C_{\text{l}_2}} + \frac{\Delta V_{\text{l}_2}}{V_{\text{l}_2}} + \frac{\Delta C_{\text{S}_2 \text{O}_3}^{2-}}}{C_{\text{S}_2 \text{O}_3}^{2-}} + \frac{\Delta V_{\text{AscH}_2}}{V_{\text{AscH}_2}} + \frac{V_{\text{eq}}}{V_{\text{eq}}} \right]$$

$$C_{\text{AscH}_2} = (0.028 \pm 0.001) \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$$

Masse ma d'acide L-ascorbique dans un comprimé de vitamine C

 $m_{\text{AscH}_2} = C_{\text{AscH}_2} V M_{\text{AscH}_2} = (494 \pm 2) \text{ mg}$

Ce résultat est cohérent avec l'indication du fabricant selon laquelle le comprimé contenait 500 mg de vitamine C tamponnée soit 500 mg d'« acide L-ascorbique ».

Ce qui a été fait en maîtrise ès Sciences Physique à Montpellier, avec une douzaine de promotions successives.