

Analyse	Noms – Prénoms :	2MC - App
TP 11	Comparaison de 2 méthodes de dosage Spectrophotométrique en vue de l'évaluation d'un éventuel effet matrice	Date du Tp :

Ce Tp expose les principes et fondements de la méthode des ajouts dosés (aussi nommée méthode des additions connues).

Cette méthode constitue une alternative intéressante à la méthode de la droite d'étalonnage afin de déterminer la concentration d'un analyte donné. Celle-ci possède notamment comme avantage la **prise en compte des effets matrice** (c'est-à-dire du réel milieu environnant de l'analyte).

Le but du Tp est **d'appliquer cette méthode à la spectrophotométrie**, et de comparer le résultat obtenu à la méthode de la droite d'étalonnage, pour savoir s'il y a réellement un effet matrice.

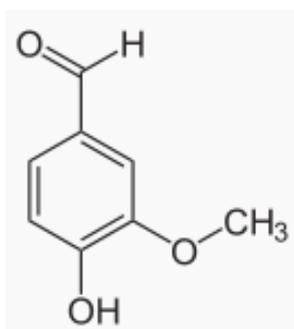
GÉNÉRALITÉS :

Le sucre vanillé est un indémodable pour réaliser des préparations gourmandes. En pâtisserie, le sucre blanc et le sucre cassonade sont parfumés grâce à de l'extrait de vanille. Pour les plus gastronomes, c'est l'extrait de vanille pure, gratté à même la gousse de vanille, qui est ajouté pour sucrer le lait, les oeufs ou les crèmes. **Le sucre vanillé** se trouve facilement dans le commerce. Il est le plus souvent conditionné en sachets de 7,5 g. En effet, très peu de sucre vanillé suffit pour obtenir une préparation agréablement parfumée.

Le sucre vanillé a en général une teinte ambrée due à la coloration de la vanille. Mais en fonction de la qualité du sucre et de l'extrait de vanille utilisé, cette teinte peut varier. Plus le sucre vanillé est clair et moins il est parfumé. La vanille est une épice dont la gousse s'utilise séchée.

Sur l'étiquette du sachet de sucre vanillé, il est précisé l'information suivante : « **4 % en masse de gousse de vanille** ». On souhaite vérifier cette indication, sachant qu'**un gramme de gousse de vanille peut contenir de 5 à 25 mg de vanilline**, cela revient à vérifier que l'on obtienne une **teneur comprise entre 0,2 et 1,0 mg/g**.

La **vanilline** est un aldéhyde aromatique naturel qui se développe dans les gousses de vanille lors de la préparation de celles-ci comme épice. On l'utilise pour faire des arômes naturels



Le but de l'expérience dans cette partie est de déterminer la quantité en masse de vanilline dans un sachet commercial de sucre vanillé. La méthode des ajouts dosés se révèle ici très intéressante en raison de la complexité de la matrice ainsi que de l'absence d'informations sur celle-ci.

Analyse	Noms – Prénoms :	2MC - App
TP 11	Comparaison de 2 méthodes de dosage Spectrophotométrique en vue de l'évaluation d'un éventuel effet matrice	Date du Tp :

1/ PRÉPARATION DE LA SOLUTION MÈRE F_0 :

☞ Dans un bécher de 100 mL, introduire environ exactement 10 mg de vanilline pure et environ 80 mL de soude. Mettre sous agitation, et lorsque la dissolution est complète, transférer dans une fiole de 100 mL. Compléter jusqu'au trait de jauge avec de la soude. Cette solution sera appelée F_0 .

2/ PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

☞ Préparation de l'échantillon de sucre vanillé : Dans un bécher de 50 mL, introduire environ exactement 200 mg de sucre vanillé et environ 40 mL de soude. Mettre sous agitation, et lorsque la dissolution est complète, transférer dans une fiole de 50 mL. Compléter jusqu'au trait de jauge avec de la soude.

3/ PRÉPARATION ET MESURE DES SOLUTIONS FILLES DANS LE CADRE DE LA MÉTHODE DES AJOUTS DOSÉS

☞ Préparer 7 solutions filles de concentration croissante en Vanilline par ajouts successifs connus de la solution mère F_0 à la solution de l'échantillon de sucre vanillé, dans des fioles de 10 mL.

Vous utiliserez le tableau ci-dessous, pour réaliser les solutions filles :

Solutions filles X_i	Volume V_x de l'échantillon (mL)	$V_s(F_0)$ (μ L)	V_{soude} (mL)
X_1	5,0	0	Qsp soude
X_2	5,0	100	
X_3	5,0	200	
X_4	5,0	300	
X_5	5,0	400	
X_6	5,0	500	
X_7	5,0	600	

Tableau 1. Récapitulatif du mode de préparation des solutions X_1 à X_7 à partir de F_0 et de l'échantillon de sucre vanillé

☞ Réaliser le spectre de la solution F_6 entre 300 et 400 nm, en **mode Wavescan** pour déterminer la longueur d'onde de travail.

☞ Réaliser la droite d'étalonnage directement sur le libra en **mode Quantification (prévoir une cuve supplémentaire pour la référence (blanc) du spectrophotomètre)**. Pour cela utiliser la notice fournie directement sur le spectrophotomètre.

Analyse	Noms – Prénoms :	2MC - App
TP 11	Comparaison de 2 méthodes de dosage Spectrophotométrique en vue de l'évaluation d'un éventuel effet matrice	Date du Tp :

RAPPORT

Mode opératoire dans le cas de l'utilisation de la méthode des ajouts dosés

1/ Préparation des solutions mères F_0

- On obtient une solution mère F_0 dont vous donnerez la concentration massique exacte C_0 .

Indiquer la longueur d'onde de travail : $\lambda_{\text{vanilline}} =$

Imprimer le spectre de la Vanilline

2/ Mesure des solutions filles

Imprimer la droite des ajouts dosés $A = f(V_s)$

- Rappeler l'équation de modélisation obtenue pour la droite des ajouts dosés, avec le coefficient de corrélation R^2 .
- Donner les valeurs obtenues pour la pente m et l'ordonnée à l'origine b , avec leur unité convenable.

Analyse	Noms – Prénoms :	2MC - App
TP 11	Comparaison de 2 méthodes de dosage Spectrophotométrique en vue de l'évaluation d'un éventuel effet matrice	Date du Tp :

- En déduire, la concentration en Vanilline, pour l'échantillon :

$$C_x = \frac{b \cdot C_0}{m \cdot V_x}$$

- En déduire finalement la quantité en masse de Vanilline par gramme de vanille.

Conclure sur la conformité du produit.