

Analyse	Noms – Prénoms :	2MC - App
TP 4	Comparaison de 2 méthodes de dosage spectrofluorimétrique 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).

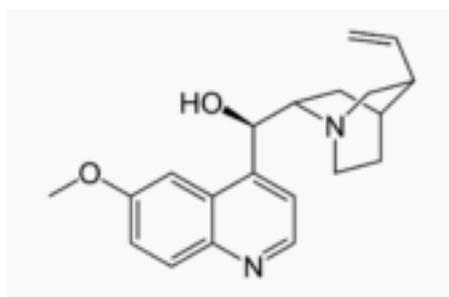
Le but du Tp est **d'appliquer cette méthode à la spectrofluorimétrie**, et de comparer le résultat obtenu à la méthode de la droite d'étalonnage, pour savoir s'il y a réellement un effet matrice.

### GÉNÉRALITÉS :

Le Schweppes® Indian Tonic est une boisson gazeuse rafraîchissante aux extraits d'écorces de Quinquina et d'oranges amères.

Il est composé d'eau gazéifiée, de sirop de glucose-fructose, de sucre (8,7 %), d'un acidifiant : l'acide citrique et d'arôme naturel tel que la quinine.

La quinine est une molécule organique de formule  $C_{20}H_{24}N_2O_2$  ( $M = 782,94 \text{ g.mol}^{-1}$ ) dont la structure est représentée ci-dessous :



Elle présente des propriétés pharmacologiques (antipyrétique, analgésique et antipaludique). C'est une molécule fluorescente extraite naturellement de l'écorce du Quinquina (arbuste) sous forme d'une poudre blanche. C'est un composant aromatique de l'"eau tonique" (goût amer) présente dans le Schweppes® et dans les boissons gazeuses portant la mention "tonic". Ces boissons peuvent contenir jusqu'à  $100 \text{ mg.L}^{-1}$  de quinine sans inconvénient pour la santé.

En dose excessive, la quinine peut provoquer des problèmes de surdité et même la mort (dans de rare cas).

Le maximum de la fluorescence est situé à 450 nm et le domaine de linéarité de l'intensité de fluorescence en fonction de la concentration est compris entre 0 et  $6,0 \cdot 10^{-6} \text{ mol.L}^{-1}$ .

Analyse	Noms – Prénoms :	2MC - App
TP 4	Comparaison de 2 méthodes de dosage spectrofluorimétrique en vue de l'évaluation d'un éventuel effet matrice	Date du Tp :

### 1/ PRÉPARATION DES SOLUTIONS MÈRES $S_0$ et $S_{Sch}$ :

☞ **Préparer une solution concentrée de sulfate de quinine** de concentration environ exactement  $C_{quinine} = 0,1 \text{ g.L}^{-1}$ . Pour cela, pesez une masse  $m_{quinine}$  de sulfate de quinine que vous introduirez dans une fiole jaugée de 100 mL. Compléter jusqu'au trait de jauge avec la solution aqueuse de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  à  $1 \text{ mol.L}^{-1}$ .

☞ Prélever 1,5 mL de la solution précédente que vous placerez dans une fiole jaugée de 50 mL. Compléter jusqu'au trait de jauge avec la solution aqueuse de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  à  $1 \text{ mol.L}^{-1}$ . Cette solution sera appelée  $S_0$ .

☞ **Prélever** un volume  $V_{Sch} = 1 \text{ mL}$  de Schweppes® que vous introduirez dans une fiole jaugée de 100 mL. Compléter jusqu'au trait de jauge avec la solution aqueuse de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  à  $1 \text{ mol.L}^{-1}$ .

### 2/ PRÉPARATION ET MESURE DES SOLUTIONS FILLES DANS LE CADRE DE LA DROITE D'ÉTALONNAGE :

☞ Préparer 6 solutions filles de concentration en quinine par dilutions successives de la solution mère  $S_0$ , préparée précédemment, dans des fioles de 20 mL.

Vous remplirez un tableau du type de celui indiqué ci-dessous :

Solutions filles $F_i$	Concentration $C_i$ ( $\text{mg.L}^{-1}$ )	$V(S_0)$ (mL)	$V_{\text{acide sulfurique}}$ (mL)
$F_1$		0	Qsp acide sulfurique
$F_2$		1	
$F_3$		2	
$F_4$		3	
$F_5$		4	
$F_6$		5	

Tableau 1. Récapitulatif des concentrations des solutions  $F_1$  à  $F_6$  et de leur mode de préparation à partir de  $S_0$

☞ Faire les mesures et réaliser la droite d'étalonnage  $I = f(C)$  sous Regressi ou excel. Pour cela utiliser la notice fournie directement avec le spectrofluorimètre.

### 3/ PRÉPARATION ET MESURE DE L'ÉCHANTILLON ET DE L'ÉTALON DE CONTRÔLE

☞ **Préparation de l'étalon de contrôle** : Préparer une fiole CQ de 20 mL, en utilisant  $V(s_0) = 2,5 \text{ mL}$ .

☞ Réaliser 2 fois la mesure sur l'échantillon  $S_{Sch}$  et 1 fois la mesure de l'étalon de contrôle.

Analyse	Noms – Prénoms :	2MC - App
TP 4	Comparaison de 2 méthodes de dosage spectrofluorimétrique en vue de l'évaluation d'un éventuel effet matrice	Date du Tp :

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

☞ Préparer 5 solutions filles de concentration croissante en sulfate de quinine par ajout successifs de volumes connus de la solution mère  $S_0$  à la solution  $S_{Sch}$ , dans des fioles de 20 mL

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

Solutions filles $X_i$	Volume $V_x$ de $S_{Sch}$ (mL)	$V_s(S_0)$ (mL)	$V_{acide\ sulfurique}$ (mL)
$X_1$	4,0	0	Qsp $H_2SO_4$
$X_2$	4,0	0,6	
$X_3$	4,0	1,2	
$X_4$	4,0	1,8	
$X_5$	4,0	2,4	

Tableau 2. Récapitulatif du mode de préparation des solutions  $X_1$  à  $X_5$  à partir de  $S_0$  et  $S_{Sch}$

☞ Paramétrez le spectrofluorimètre comme indiqué dans la notice technique.

☞ Pour chaque mesure, remplir un tableau sous Regressi ou Excel, et imprimer la droite d'étalonnage  $I = f(V_s)$

Analyse	Noms – Prénoms :	2MC - App
TP 4	Comparaison de 2 méthodes de dosage spectrofluorimétrique 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 de la droite d'étalonnage

#### 1/ Préparation des solutions mères $S_0$ et $S_{sch}$

- On obtient une solution mère  $S_0$  dont vous donnerez la concentration massique en quinine.
- Pour la seconde préparation, vous donnerez le facteur de dilution de la solution de Schweppes®.

#### 2/ Préparation et mesure des solutions filles

Remplir le tableau ci-dessous :

Solutions filles $F_i$	Concentration $C_i$ (mg.L <sup>-1</sup> )	$V(S_0)$ (mL)	$V_{\text{acide sulfurique}}$ (mL)
$F_1$		0	Qsp acide sulfurique
$F_2$		1	
$F_3$		2	
$F_4$		3	
$F_5$		4	
$F_6$		5	

Tableau 1. Récapitulatif des concentrations des solutions  $F_1$  à  $F_6$  et de leur mode de préparation à partir de  $S_0$

Analyse	Noms – Prénoms :	2MC - App
TP 4	Comparaison de 2 méthodes de dosage spectrofluorimétrique en vue de l'évaluation d'un éventuel effet matrice	Date du Tp :

Imprimer la droite d'étalonnage  $I = f(C)$

- Calculer la valeur  $C_{ref}$ . Relever la concentration de l'étalon de contrôle (inconnue-connue)  $C_{EQ}$  et rechercher si la valeur ( $C_{EQ}$ ) est comprise dans l'intervalle d'acceptabilité, soit  $C_{ref} \pm 10\%$ .
- En déduire, grâce à la droite d'étalonnage, les concentrations en quinine  $C_1$  et  $C_2$ , puis vérifier la compatibilité métrologique en répétabilité des deux essais à l'aide de l'annexe métrologique ( $S_r = 0,01 \text{ mg.L}^{-1}$ ). Donner alors la concentration en quinine retenue.
- Donner alors la concentration en quinine dans le Schweppes® (précision à 1 %). Vous exprimerez le résultat comme indiqué dans l'annexe métrologique

Analyse	Noms – Prénoms :	2MC - App
TP 4	Comparaison de 2 méthodes de dosage spectrofluorimétrique en vue de l'évaluation d'un éventuel effet matrice	Date du Tp :

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

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

- Donner les valeurs obtenues pour la pente  $m$  et l'ordonnée à l'origine  $b$  ainsi que leurs écart-types  $s_m$  et  $s_b$ .
- En déduire, la concentration en quinine pour la solution  $S_{Sch}$ , ainsi que son écart-type.

$$C_x = \frac{b}{m} \cdot \frac{C_0}{V_x} \quad \text{et} \quad s_{C_x} = C_x \cdot \sqrt{\left(\frac{s_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{s_b}{b}\right)^2}$$

- Donner alors la concentration de quinine dans le Schweppes®, ainsi que son écart-type.

Analyse	Noms – Prénoms :	2MC - App
TP 4	Comparaison de 2 méthodes de dosage spectrofluorimétrique en vue de l'évaluation d'un éventuel effet matrice	Date du Tp :

## Conclusion et comparaison des résultats

- Comparer le résultat obtenu avec celui obtenu par la méthode de la droite d'étalonnage.
- Conclure sur la conformité de la quinine dans le Schweppes®.