

Partie Observer : Ondes et matière

CHAP 04-ACT EXP Spectroscopie UV-Visible

CORRIGE

Objectifs : Exploiter des spectres UV-visible pour caractériser et doser une espèce colorée

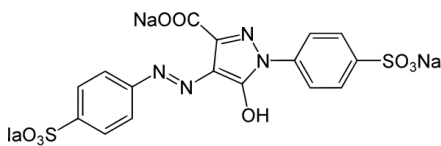
Problématique :

Un sirop de menthe contient des sucres, des extraits de menthe et des colorants.

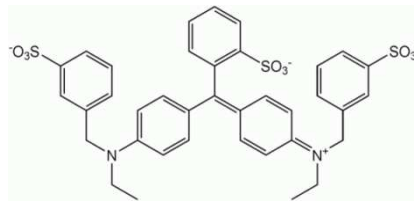
Chaque fabricant élabore sa propre composition ; si leur couleur reste la même, verte, tous les sirops de menthe ne contiennent pas les mêmes colorants.



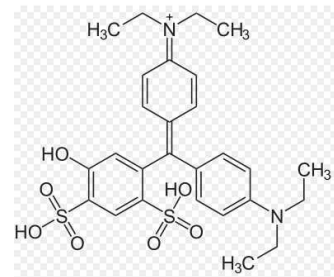
Menthe verte : sucre, eau, sirop de glucose-fructose, arôme naturel de menthe, colorants : E102, E133.



E 102 Tartrazine



E 133 bleu brillant



E 131 bleu patenté V

L'Union Européenne fixe, pour tous les colorants alimentaires, des valeurs de dose journalière admissible (DJA). Voici les DJA, en mg de produit absorbable par kg de masse corporelle et par jour, de trois colorants alimentaires bleus.

Colorant	Bleu patenté E131	Indigotine E132	Bleu brillant E133
DJA (mg/kg/jour)	2,5	5,0	10,0
Masse molaire (g·mol ⁻¹)	560	420	747

Objectifs :

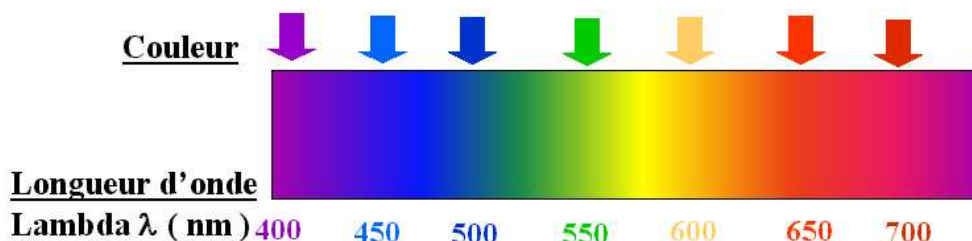
- Vérifier par spectroscopie UV-Visible la nature des colorants présents dans un sirop de menthe.
- Estimer la quantité de colorant bleu dans le sirop.

Matériel et solutions disponibles :

- Spectrophotomètre Visible (entre 450 et 750 nm)
- Bêchers, fioles et pipettes jaugées...
 - 2 fioles jaugées de 100 mL,
 - 2 fioles jaugées de 50 mL
 - 1 pipette jaugée de 10 mL,
 - 1 pipette jaugée de 20 mL,

- 1 pipette graduée de 10 mL
- 1 pipette graduée de 20 mL
- 1 burette graduée
- 1 bécher de 150 mL
- 3 béchers de 100 mL
- Eau distillée
- Solutions contenant chacune l'un des colorants (E102, E133, E131) à la même concentration
 - 1L de solution de bleu patenté E131 à 10 mg.L⁻¹
 - 500 mL d'une solution de colorant alimentaire bleu (bleu brillant E133) diluée au 1/500^{ème}
 - 500 mL d'une solution de colorant alimentaire jaune (tartrazine E102) diluée au 1/500^{ème}
- Solution d'un sirop de menthe WINNY (colorants : E102+E131) dilué 4 fois

Données :



Notice du spectrophotomètre :

Mesures précises pour $A < 2,0$
 Incertitude sur la mesure de l'absorbance : $\Delta A = 0,005$

Loi de Beer-Lambert :

Si une solution ne contient qu'une seule espèce chimique absorbant à une longueur d'onde λ , l'absorbance A à cette longueur d'onde est proportionnelle à la concentration molaire C (en mol.L⁻¹) de l'espèce qui absorbe :

$$A = \epsilon l C$$

L'absorbance A est une grandeur sans unité ; l (en cm) représente l'épaisseur de la cuve traversée par le faisceau incident ; ϵ (en L.cm⁻¹.mol⁻¹) est appelé le coefficient d'absorption molaire.

L'incertitude sur la détermination de la concentration C à partir d'une mesure d'absorbance A est estimée à partir de la formule :

$$\Delta C = \frac{\Delta A}{\epsilon l}$$

Dilution :

Soit V_i est le volume prélevé, V_f le volume final, C_i et C_f les concentrations respectives des solutions initiale et finale :

$$C_i \times V_i = C_f \times V_f$$

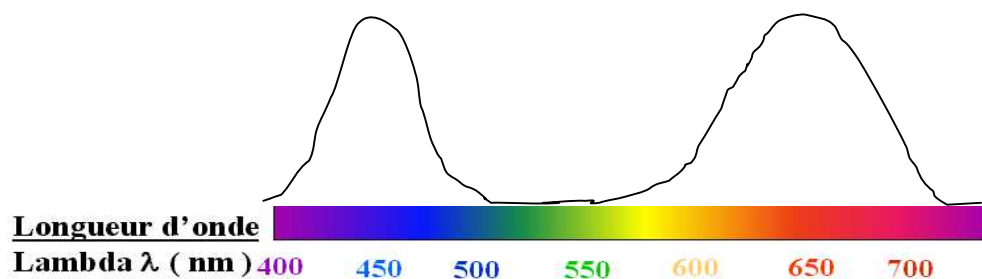
L'incertitude relative sur C_f est donnée par la formule :

$$\frac{\Delta C_f}{C_f} = \frac{\Delta C_i}{C_i} + \frac{\Delta V_f}{V_f} + \frac{\Delta V_i}{V_i}$$

1. Spectre Visible d'un sirop de menthe

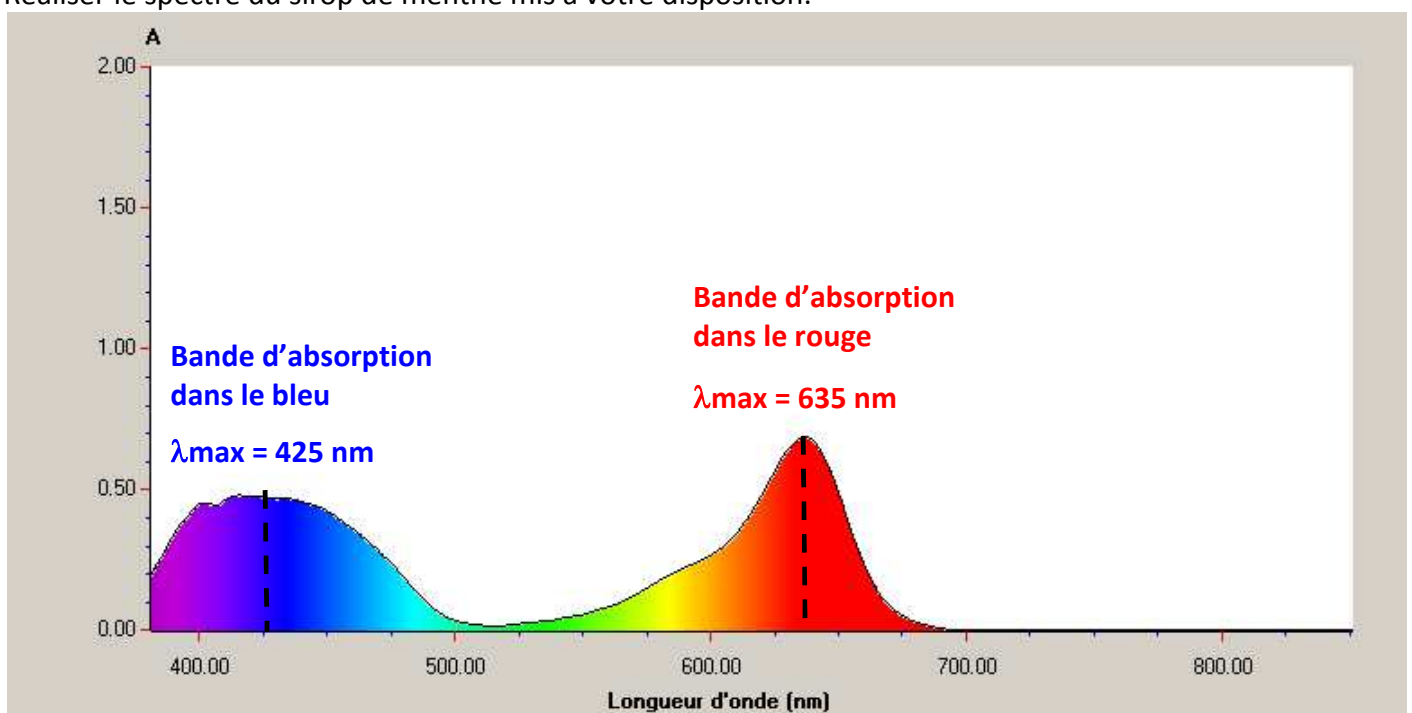
S'APPROPRIER-ANALYSER

1. Comment expliquez-vous, en termes de radiations colorées, la couleur verte prise par une solution ?
Si la solution est verte, elle laisse passer le vert et absorbe les couleurs complémentaires (bleu+rouge).
2. Quelles sont les ordres de grandeurs des longueurs d'onde absorbées par un sirop de menthe ?
Une solution verte de sirop de menthe absorbe dans le bleu entre 400 et 500 nm et dans le rouge entre 625 et 700 nm.
3. En déduire l'allure du spectre d'absorption d'un sirop de menthe.



REALISER

4. Réaliser le spectre du sirop de menthe mis à votre disposition.



Réglage des Paramètres d'acquisition du spectrophotomètre :

- Décocher gérer automatiquement la sensibilité et régler la sensibilité manuellement pour que le signal ne sature pas : 8 ms
- Filtrage : Fort
- Moyenne sur : 5 acquisitions
- Décocher améliorer la réponse aux courtes longueurs d'onde

VALIDER

5. commenter son allure (comparaison à l'allure prévue, identification de chaque bande, maximum d'absorption, ...).

2. Identification des colorants présents dans un sirop de menthe

ANALYSER

6. Observer la couleur de chacune des solutions de colorant et prévoir pour chaque colorant E102, E131 et E133 le domaine des longueurs d'onde absorbées.

E102 : jaune donc absorbe le bleu (la couleur complémentaire) vers 400-500 nm

E131 et E133 : bleu donc absorbe le jaune (vert+rouge) vers 550-700 nm

7. Quels sont les mélanges possibles parmi les 3 colorants proposés compatibles avec la couleur verte du sirop de menthe ?

E102 (tartrazine) colorant JAUNE + E131 (bleu patenté) colorant BLEU = VERT

E102 (tartrazine) colorant JAUNE + E133 (bleu brillant) colorant BLEU = VERT

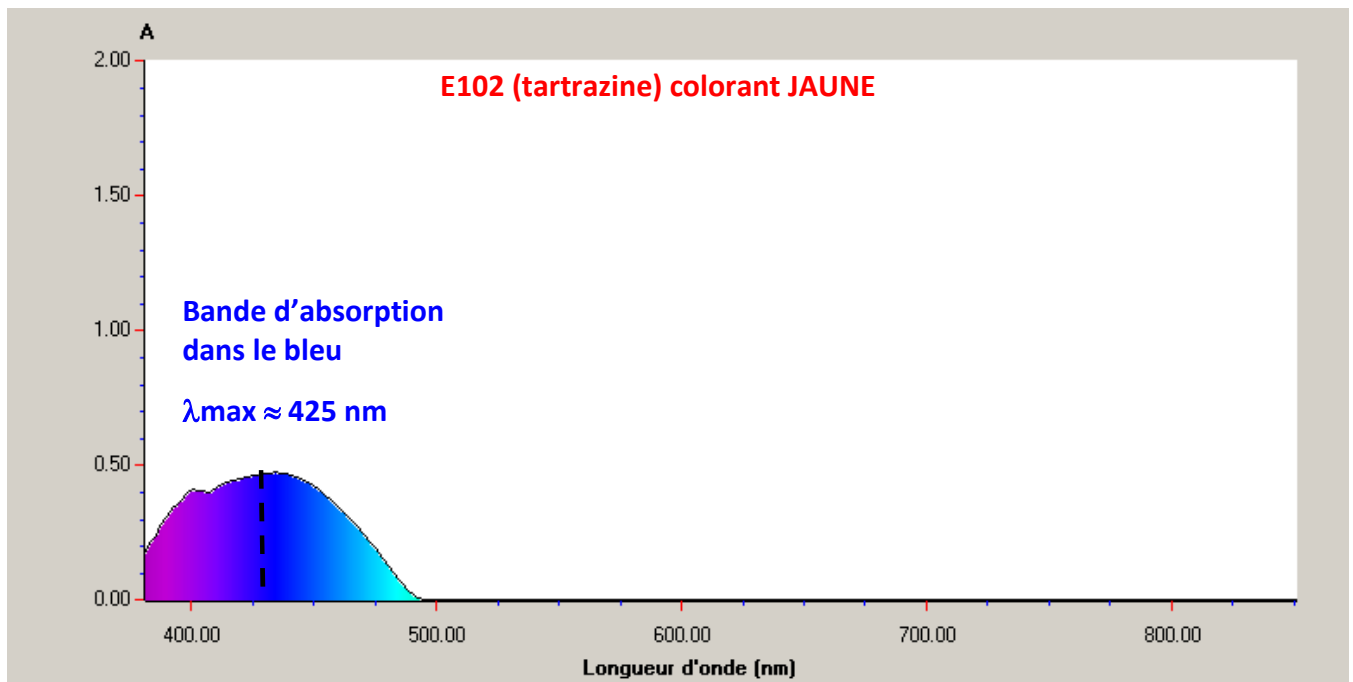
8. Proposer un protocole qui permette d'identifier le colorant bleu spécifique présent dans le sirop de menthe mis à votre disposition. Plusieurs réponses sont possibles. Valider avec votre professeur laquelle retenir ici.

On pourrait proposer par analyse CCM.

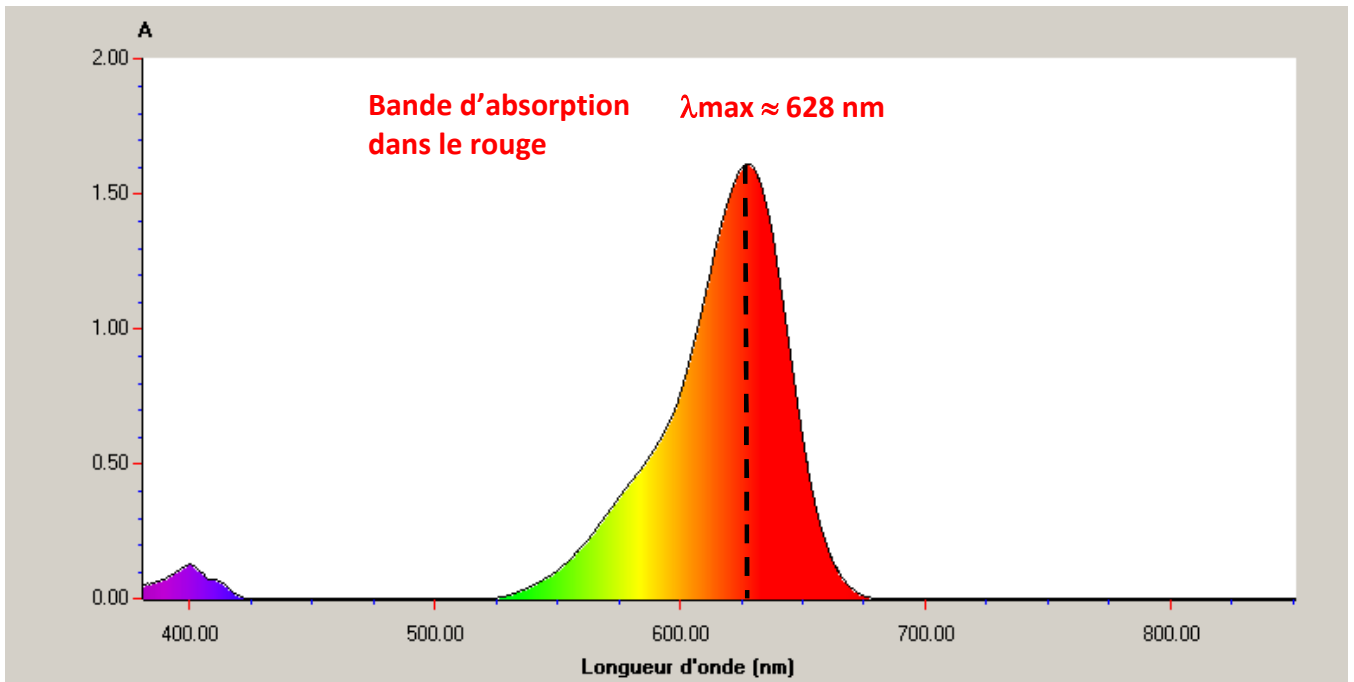
Ici on retient par comparaison entre le spectre du sirop de menthe et les spectres des solutions de colorant.

REALISER

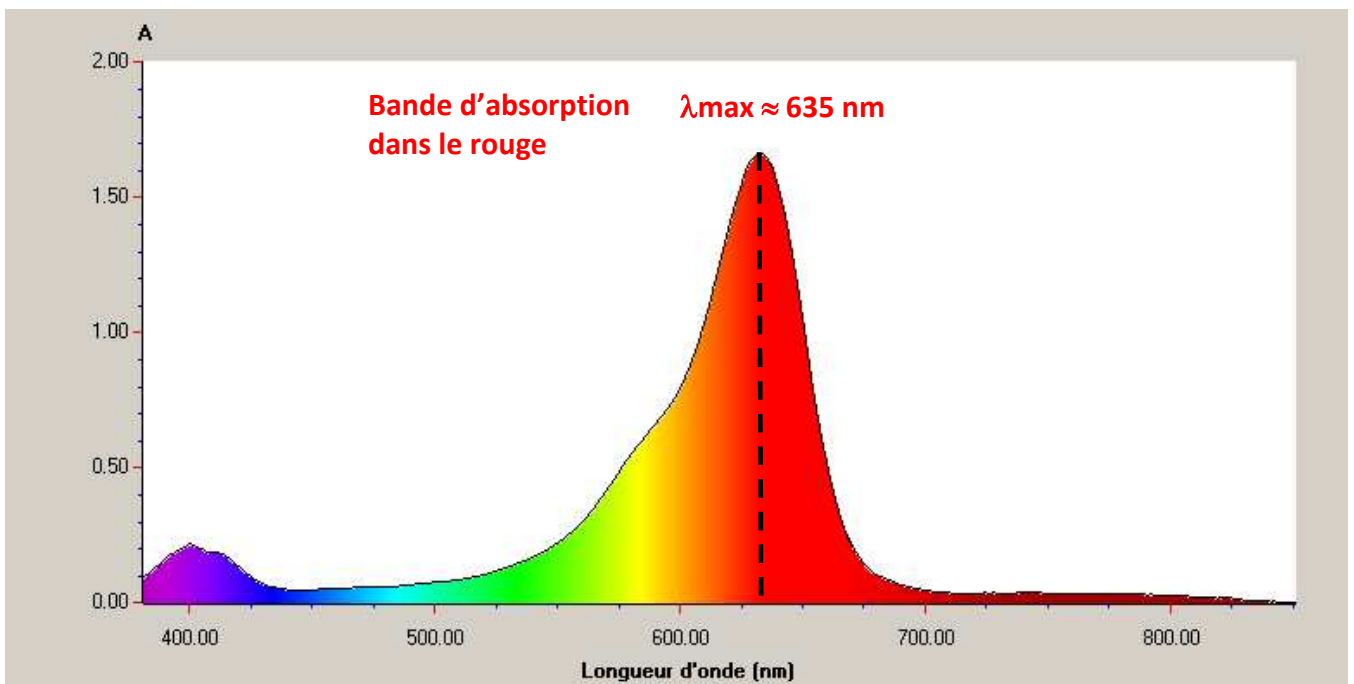
9. Réaliser l'expérience.



E133 (bleu brillant) colorant BLEU



E131 (bleu patenté) colorant BLEU



VALIDER

10. Conclure en indiquant la nature des colorants présents dans le sirop de menthe étudié.
Le colorant bleu présent dans le sirop de menthe est du bleu patenté caractérisé par un maximum d'absorption à la longueur d'onde de 635 nm.
Le sirop de menthe étudié contient donc un mélange de colorants E102 (jaune tartrazine) et E131 (bleu patenté).

3. Dosage de la quantité de colorant bleu dans un sirop de menthe

Il est possible de doser les colorants d'un sirop de menthe par mesures d'absorbance.

S'APPROPRIER

11. Rappeler la loi de Beer-Lambert. $A = \epsilon l C = \frac{\epsilon l}{M} \times C_{\text{massique}} = k \times C_{\text{massique}}$

12. A quelle longueur d'onde λ_B doit-on travailler pour mesurer uniquement l'absorbance du colorant bleu et déterminer sa concentration avec le plus de précision ? Justifier.

Pour déterminer la concentration en bleu patenté dans le sirop de menthe, il faut travailler à des longueurs d'onde où seule cette espèce absorbe (entre 450 et 675 nm)

Par ailleurs pour déterminer la concentration avec le plus de précision possible ($\Delta C = \Delta A / \epsilon l$) , il est préférable de travailler à la longueur d'onde où le coefficient d'absorption molaire ϵ est maximal c'est à dire à la longueur d'onde $\lambda_{\text{max}} = 635 \text{ nm}$ où l'absorbance est maximale ($\epsilon_{\text{max}} = A_{\text{max}} / l$) .

Plusieurs possibilités sont offertes au chimiste pour déterminer la concentration massique en colorant bleu. L'utilisation d'une courbe d'étalonnage, obtenue par mesure d'absorbance de solutions étalons (de concentration connue en colorant), est une méthode classique.

ANALYSER

13. Quelle est l'allure de cette courbe d'étalonnage ? Justifier. **$A = f(C)$ est une droite passant par l'origine (fonction linéaire) car d'après la loi de Beer-Lambert, il y a proportionnalité entre l'absorbance et la concentration.**

14. Comment utiliser cette courbe pour obtenir la concentration en colorant bleu d'un sirop de menthe ?

A partir de la courbe d'étalonnage on détermine le coefficient de proportionnalité k entre l'absorbance et la concentration pour l'espèce considérée à la longueur d'onde d'étude : $A = k \times C$ Puis une mesure de l'absorbance du sirop de menthe, permet d'en déduire la concentration correspondante (détermination graphique ou calcul).

15. Comment obtenir une gamme de solutions étalons à partir d'une solution de bleu patenté à $10,0 \text{ mg.L}^{-1}$? **par dilution**

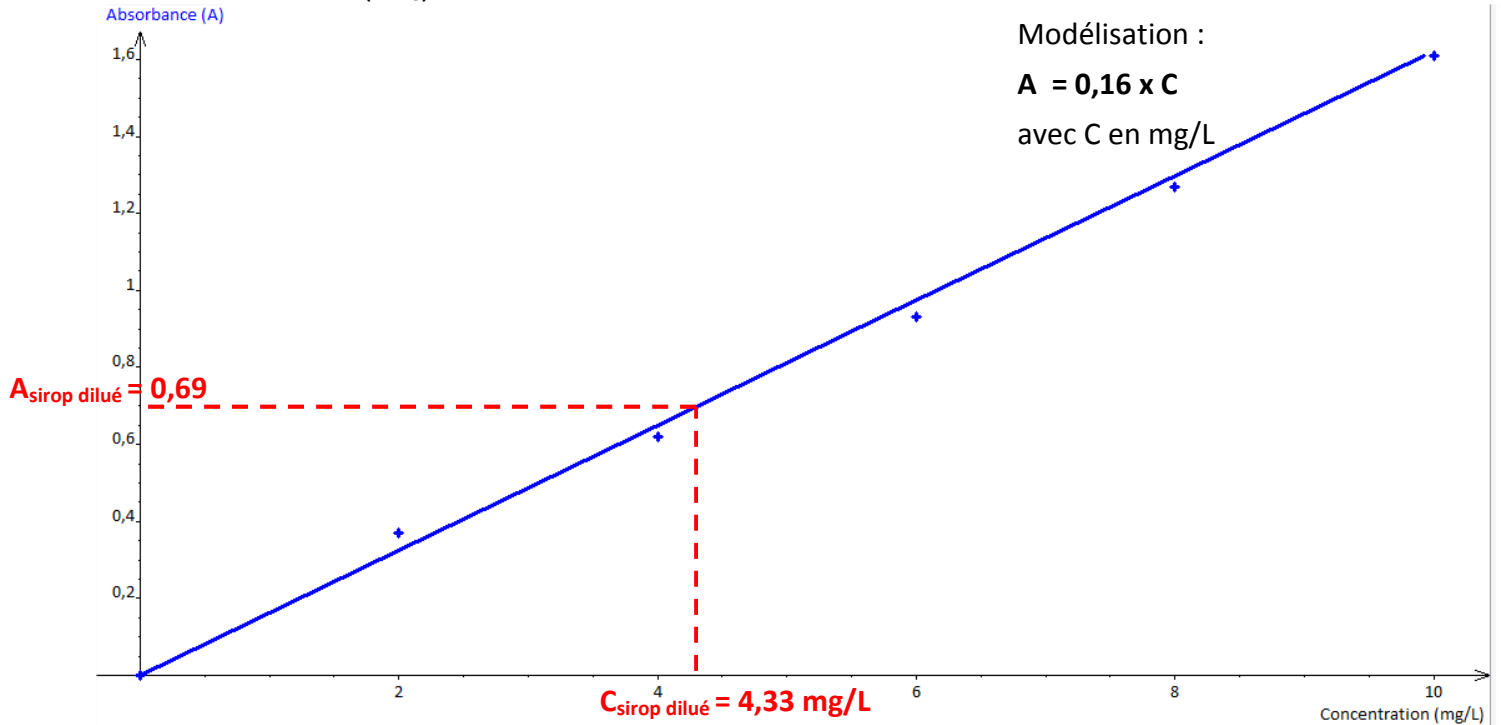
REALISER

16. Fabriquer les solutions dont la concentration massique est donnée dans le tableau ci-dessous. Vous disposez de fioles jaugées de 50 mL, 20 mL ou 10 mL, de pipettes jaugées de 10 mL, 20 mL, d'une burette graduée, d'une pipette graduée de 10,0 mL. Il est conseillé de compléter le tableau suivant :

$C_{\text{fille}} (\text{mg.L}^{-1})$	10,0	8,00	6,00	4,00	2,00
$V_{\text{fille}} (\text{mL})$	-	50	50	100	100
$V_{\text{mère}} (\text{mL})$	-	40	30	40	20
$A_{\text{mesurée}}$	1,61	1,27	0,93	0,62	0,37
Verrerie utilisée	-	fiole jaugée 50mL 2x pipette jaugée 20mL	fiole jaugée 50mL 1x pipette jaugée 10mL 1x pipette jaugée 20mL	fiole jaugée 100mL 2x pipette jaugée 20mL	fiole jaugée 100mL 1x pipette jaugée 20mL

17. Faire les mesures d'absorbance en se plaçant à la longueur adaptée, $\lambda_B = 635 \text{ nm}$. Compléter le tableau.

18. Tracer la courbe $A = f(C_{\text{dilué}})$.



VALIDER

19. Déterminer la concentration en colorant bleu du sirop de menthe dilué 4 fois $C_{\text{sirop dilué}} = 4,33 \text{ mg/L}$

En déduire la concentration en colorant bleu dans le sirop. $C_{\text{sirop}} = 4 \times 4,33 = 17,32 \text{ mg/L}$

20. Identifier les sources d'erreurs possibles lors de cette manipulation.

Erreur sur les mesures d'absorbance

Erreur sur les concentrations des solutions préparées par dilution provenant :

- des erreurs sur les mesures de volumes selon la verrerie utilisée
- de la précision initiale de la concentration de la solution mère.

Erreur sur la détermination graphique de la concentration

21. Un enfant de 20 kg qui absorbe 6 verres de 25 cl de sirop de menthe préparé à raison d'1 volume de sirop pour 7 volumes d'eau dépasse-t-il la Dose Journalière Admissible en bleu patenté selon l'U.E. en supposant que le sirop de menthe est la seule source d'absorption du bleu patenté.

DJA pour un enfant de 20 kg = $20 \times 2,5 = 50 \text{ mg}$

Volume de sirop concentré dans un verre = $1/7^{\text{ème}}$ d'un verre de 25 cl = $250/7 = 36 \text{ mL} = 36 \cdot 10^{-3} \text{ L}$

Masse de bleu patenté dans un verre = $C_{(\text{mg/L})} \times V_{(\text{L})} = 17,32 \times 36 \cdot 10^{-3} = 0,62 \text{ mg}$

Masse de bleu patenté dans 6 verres = $6 \times 0,62 = 3,7 \text{ mg}$

$3,7 \text{ mg} < 50 \text{ mg}$ donc la DJA n'est pas dépassée !