

Activité expérimentale n°1 (PCSI) :

Dosage par étalonnage du bleu brillant dans un sirop de menthe



Pour les embellir, de nombreuses préparations alimentaires contiennent des additifs alimentaires spécifiques : les « colorants ». L'un des plus utilisés est le bleu brillant (E133), mais il est responsable de réactions allergiques qui ont conduit certains pays (notamment les Etats - Unis) à l'interdire. L'EFSA (Autorité Européenne de Sécurité des Aliments) place la dose journalière admissible (DJA) à 6 mg par kilogramme de masse corporelle par jour pour un adulte. Avec sa couleur « bleu roi » caractéristique, il est particulièrement utilisé dans les sirops (menthe, curaçao).

Problématique : comment vérifier que la concentration du colorant bleu dans un verre de sirop de menthe commercial n'excède pas les recommandations de l'EFSA ?

Démarche : La méthode envisagée est un dosage par étalonnage spectrophotométrique. On rappelle la loi de Beer-Lambert qui donne l'expression de l'absorbance A d'une solution en fonction de la concentration C d'une seule espèce absorbante :

$$A = kC$$

Le coefficient k n'est généralement pas connu. L'objet des parties A et B est de le déterminer par une droite d'étalonnage réalisée à partir de solutions de bleu brillant de concentrations connues.

Cette loi n'est valable que pour des solutions de concentrations suffisamment faibles. On considère que la loi de Beer-Lambert reste valable tant que l'absorbance $A < 1$.

A. Spectres en absorbance du sirop de menthe et de ses colorants alimentaires

Dans cette partie, vous allez réaliser le spectre du sirop de menthe et de ses colorants alimentaires : le bleu brillant (E133) et la tartrazine (E102), en collaboration avec un autre binôme. Seul le spectrophotomètre installé près de la fenêtre permet de tracer le graphe de l'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

➤ Préparer par dilution et/ou dissolution les trois solutions suivantes :

Sirop de menthe (binôme 1)	Solution 0 de bleu brillant (chaque binôme)	Tartrazine (binôme 2)
▪ Verser environ 20 mL du sirop de menthe dans un bécher. ▪ En prélever 10 mL avec une pipette jaugée et le diluer dans une fiole jaugée de 250 mL. ▪ Agiter.	▪ Peser $m = 75 \text{ mg}$ de bleu brillant. ▪ Le verser dans une fiole jaugée de 500 mL. ▪ Compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée. ▪ Avec un barreau aimanté et un agitateur magnétique, agiter jusqu'à dissolution complète.	▪ Peser environ $m = 8 \text{ mg}$ de tartrazine. ▪ La dissoudre dans une fiole jaugée de 100 mL. ▪ Avec un barreau aimanté et un agitateur magnétique, agiter jusqu'à dissolution complète.

➤ Réaliser le spectre de chaque solution en suivant le protocole suivant :

- Ouvrir le logiciel *Evènement* (remarque : pas besoin d'allumer le spectrophotomètre avant !).
- Dans le menu *Fichier/Système d'acquisition*, cliquer sur *Prim* dans la liste déroulante puis appuyer sur *OK*. Attendre que le système se mette en route (chauffage de la lampe...).
- A l'aide de la fiche technique disposée à côté du spectrophotomètre, réaliser l'acquisition du spectre entre $\lambda = 400 \text{ nm}$ et $\lambda = 800 \text{ nm}$. Vous disposez de pipette en plastique pour verser les solutions dans les cuves. Utiliser de l'eau distillée pour la cuve servant à *faire le blanc* (ou *faire le zéro d'absorbance*). **Attention à la manipulation des cuves !**

➤ Superposer sur le même graphe les trois spectres.

Q1. Justifier la couleur verte du sirop de menthe à partir de l'analyse spectrale de ses colorants alimentaires.

Q2. Justifier qu'il est possible de déterminer la concentration en bleu brillant par une mesure d'absorption. En est-il de même pour la tartrazine ?

Q3. Déterminer graphiquement la longueur d'onde λ_{max} du maximum d'absorption du bleu brillant.

B. Tracé de la courbe d'étalonnage

Dans cette partie, vous allez réaliser les solutions-étalon par dilution de la solution mère de bleu brillant réalisée dans la partie précédente (appelée *solution S0*). Vous tracerez ensuite la courbe d'étalonnage donnant l'absorption en fonction de la longueur d'onde λ_{max} .

- Réaliser les solutions suivantes par dilution d'un volume $V_{mère}$ de solution S0 de bleu brillant dans une fiole jaugée de volume V_{fille} :

Solution	$V_{mère}$	V_{fille}	$c_m (mg \cdot L^{-1})$	A
S0				
S1	40 mL	50 mL		
S2	50 mL	100 mL		
S3	30 mL	100 mL		
S4	5 mL	50 mL		

- Mesurer l'absorbance de chaque solution à la longueur d'onde λ_{max} en suivant le protocole du matériel correspondant.

Spectro relié à l'ordinateur	Spectro non relié à l'ordinateur
▪ Dans le menu <i>Expérience</i>, sélectionner <i>test/étalonnage</i>. ▪ Choisir la longueur d'onde dans l'encadré consacré puis APPUYER sur <i>sélectionner</i>. ▪ Faire le blanc avec de l'eau distillée à l'aide du bouton <i>zéro abs</i>. ▪ La mesure d'absorbance s'affiche en temps réel.	▪ A partir du menu principal sélectionner le mode <i>Absorbance</i>. ▪ Saisir la longueur d'onde λ_{max} et confirmer la valeur par la touche <i>VAL</i>. ▪ Faire le blanc avec la cuve d'eau distillée puis presser la touche <i>0/zéro</i>. ▪ L'appareil affiche la mesure d'absorbance en temps réel.

Q4. Compléter les colonnes indiquant la concentration massique c_m de chaque solution ainsi que l'absorbance mesurée A .

Q5. A l'aide du tableur de votre choix, tracer la droite de calibration $A = f(c_m)$. Déterminer par un modèle affine la valeur du coefficient k .

C. Détermination de la concentration en bleu brillant dans le sirop de menthe

- Mesurer l'absorbance à la longueur d'onde λ_{max} de la solution diluée de sirop de menthe réalisée dans la partie I.

Q6. Déterminer la valeur de la concentration massique en bleu brillant dans la solution diluée de sirop de menthe.

Q7. En déduire la concentration massique en bleu brillant dans la bouteille du commerce.

Dans un verre de sirop de menthe la dilution usuelle est d'environ 1 mesure de sirop pour 10 mesures d'eau. La dose journalière autorisée (DJA) en bleu brillant est de 6 mg par jour par kilogramme de masse corporelle.

Q8. Calculer la masse de bleu brillant ingérée par une personne buvant un verre de 200 mL, dans les conditions usuelles.

Q9. Au bout de combien de verres un individu de 70 kg dépasse-t-il la DJA ? Est-ce envisageable ?

D. Annexe 1 - Matériel et produits

Paillasse élève :

- Pipettes jaugées : 5mL, 10mL(×2), 30mL, 40mL, 50mL
- 1 propipette
- Fioles jaugées avec bouchons : 500mL, 250mL, 100mL, 50mL
- 4 béchers de 50mL
- 1 bécher poubelle de grande contenance
- 1 agitateur magnétique + barreau aimanté
- 10 pipettes en plastique
- 10 cuves à absorbance identiques

- 2 coupelles en plastique souple
- 1 spectrophotomètre + ordinateur relié à une imprimante

Paillasse commune :

- Bleu brillant E133 en poudre
- Tartrazine E102 en poudre
- 2 spatules
- 2 balances de précision à $10^{-3}g$
- Bouteille de sirop de menthe de marque *Vedrenne*