

## Dosage de la vitamine C dans un comprimé (pH-métrie)

3 F.13

## CAPES :

1-(16)-(24)-26-27

Durée : Préparation 20 min

Manipulation 10 min

## Bibliographie :

[M3] [M4] [M6] [M7] [M16] [M40]

## Prérequis

Savoir :

- fabriquer une solution étalon
- effectuer et interpréter un dosage pH-métrie.

## Objectifs

Doser un produit utilisé dans la vie courante.

## Thème d'enseignement


- Arômes, colorants
- conservateurs
- dosages.

## Matériel

3 A + :

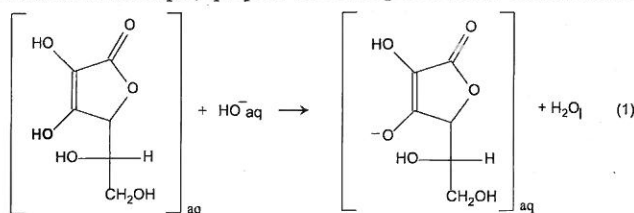
bécher de 250 mL, (NaOH) 1  
 erlen de 250 mL, (Vit. C) avec bouchon 1  
 fiole jaugée de 100 mL, 1  
 mortier et pilon, 1

## Réactifs

NaOH 1g,   
 vitamine C à 500 mg, tamponnée, à croquer,<sup>1</sup>  
 rouge de crésol à 0,1 % (alcool).

## Principe

La vitamine C est l'acide L-ascorbique, qui peut être dosé par la soude suivant la réaction :



Contrairement au nom qu'il porte, l'acide ascorbique ne comporte pas de groupement acide carboxylique mais une fonction alcool de  $pK_A = 4,2$  (impression en caractères gras dans la formule).

## Mode opératoire

a) Préparation de 250 mL d'une solution à environ  $0,01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  de soude et étalonnage 

Préparer et étalonner 250 mL de solution à environ  $0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  de soude d'après la fiche 3 B.1.

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

Écraser dans un mortier un comprimé de vitamine C et mettre 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) Dosage de l'acide L-ascorbique par colorimétrie et pH-métrie

Doser 10 mL de la solution préparée, (en présence de rouge de crésol, éventuellement), avec la soude étalonée placée dans la burette. Suivre le dosage par pH-métrie.

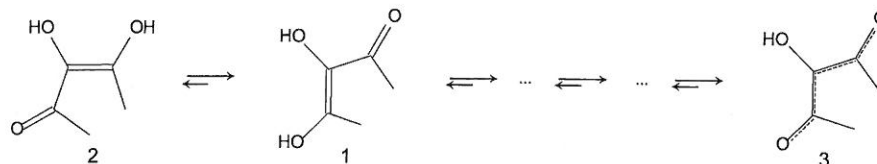
<sup>1</sup> En prenant de la vitamine C tamponnée, on peut faire exécuter en parallèle un dosage par oxydoréduction. Cela fait réfléchir !



### Compléments théoriques

L'acide ascorbique comporte un cycle  $\gamma$ -lactone portant une fonction *enediol* et une chaîne dihydroxyéthyle. C'est la fonction *enediol* qui est le siège de la réaction acido-basique comme de la réaction d'oxydoréduction conduisant à l'acide déhydroascorbique. L'atome d'hydrogène du groupement hydroxyle en gras dans la formule de la page précédente est rendu plus acide par la présence de la double liaison voisine et du groupement carbonyle.

Dans la mesure où la solution d'acide L-ascorbique est diluée, la seule action de la soude sur cet acide est une réaction acido-basique, le caractère nucléophile de  $\text{HO}^-$  étant bien moins important que son caractère basique.

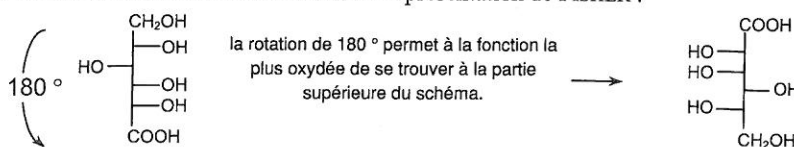


Dans l'équilibre des nombreuses formes tautomères, la forme 1 est largement majoritaire et l'on peut rendre compte des délocalisations (forme 3). Les conditions de dosage ne permettent donc ni l'ouverture du cycle, ni des réactions d'addition ou d'élimination (oxydation en acide déhydroascorbique).

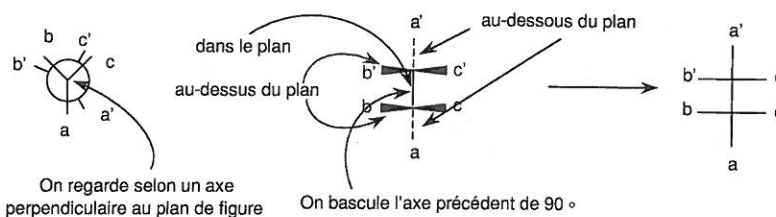
D'après la stoechiométrie de la réaction de dosage, à l'équivalence, la quantité d'acide L-ascorbique initialement présente est égale à la quantité d'ions  $\text{HO}^-$  ajoutée.

La *vitamine C tamponnée* contient une quantité égale d'acide ascorbique et d'ascorbate (souvent de sodium). Pour doser la vitamine C tamponnée, un dosage par iodométrie peut compléter celui présenté ici : il permet en effet de doser aussi bien l'acide ascorbique que sa base conjuguée.

Il faut noter que l'acide L-ascorbique dérive de l'acide D-glucuronique<sup>1</sup> : la modification de « D- » en « L- » vient de la convention utilisée dans la représentation de FISHER :



Rappelons que la représentation de FISHER (1891) est essentiellement utilisée pour les sucres et leurs dérivés et s'obtient par une projection dans le plan d'une représentation de NEWMAN éclipsée :



Par convention on place le substituant le plus oxydé en haut, dans l'ordre suivant des priorités :  $\text{COOH} > \text{CHO} > \text{CH}_2\text{OH}$ .

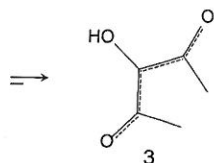
La configuration absolue est déterminée par rapport à une référence : le glycéraldéhyde dextrogyre qui correspond au D-(+)-glycéraldéhyde, de configuration *R*.

<sup>1</sup> Cf. [19], p. 504.

i

on énediol et une chaîne acido-basique comme de la L'atome d'hydrogène du st rendu plus acide par la

on de la soude sur cet acide 1 moins important que son

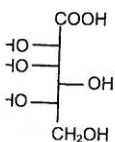


nt majoritaire et l'on peut e ne permettent donc ni acide déhydroascorbique).

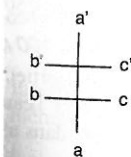
ntité d'acide L-ascorbique

t d'ascorbate (souvent de rie peut compléter celui base conjuguée.

modification de « D- » en



se pour les sucres et leurs NEWMAN éclipsée :



re suivant des priorités :

glyceraldéhyde dextrogyre

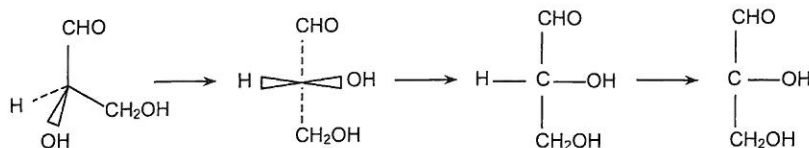


Fig. 3 F.13a : passage d'une représentation dans l'espace à la représentation de FISHER pour le D-(+)-glyceraldéhyde.

### 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 filtre et entonnoir abondamment afin de ne rien perdre du comprimé. La solubilité de l'acide ascorbique dans l'eau est de  $300 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ .

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 dosage non seulement par acidimétrie mais aussi par iodométrie (dosage en retour). Ils verront alors que ce dernier conduit à deux fois plus de « vitamine C », puisque dans ce cas on dose l'acide ascorbique et l'ascorbate de sodium.

On peut aussi, pour ne pas être gêné par l'excipient insoluble lors de la mise en solution, opérer sur un quart environ de la masse d'un comprimé (environ 225 mg) et utiliser une solution à environ  $0,025 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  d'hydroxyde de sodium, afin d'obtenir un volume de fin de dosage du même ordre de grandeur.

### Compléments culturels

Une *vitamine* est une substance dont :

- l'organisme ne peut faire la synthèse (pour certaines espèces)
- 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 : fruits (agrumes, kiwi – l'un des plus riches), légumes (poivrons, persil – très riche). Seuls quelques mammifères (singe, cobaye, homme) sont incapables d'en faire la synthèse. Cela est sans doute la conséquence de l'apparition, il y a 60 millions d'années, d'un gène défectueux à la suite d'une mutation.

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.

Sa carence provoque le scorbut (état caractérisé par des hémorragies cutanées et par le gonflement et le saignement des gencives) et peut aussi donner lieu à des manifestations anémiques. Elle est donc employée comme adjuvant dans les traitements des différentes formes d'anémies, ainsi que pour un très grand nombre d'autres indications, mais son efficacité est parfois douteuse.

C'est la plus fragile des vitamines, sensible à l'oxydation et à la chaleur.

### Mesures

$M_{(\text{Acide ascorbique})}$  :

Volume de solution :

$M_a = 176,0 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$

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

**Dosage**Volume de la prise d'essai :  $V_a = (10,00 \pm 0,04) \text{ mL}$ Volume équivalent par pH-métrie :  $V_e = (17,1 \pm 0,1) \text{ mL}$ 

V / mL	0,0	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0	7,0	8,0	9,0
pH	4,20	4,22	4,33	4,40	4,45	4,54	4,57	4,65	4,70	4,78
V / mL	10,0	11,0	12,0	13,0	14,0	15,0	15,5	16,0	16,4	16,8
pH	4,87	5,00	5,10	5,27	5,43	5,69	5,89	6,15	6,65	7,39
V / mL	17,0	17,2	17,5	17,8	18,0	18,5	19,0	20,0	21,0	22,0
pH	7,76	8,29	8,98	9,45	9,81	10,21	10,47	10,79	10,95	11,12
V / mL	23,0	24,0	25,0							
pH	11,25	11,34	11,47							

**Observations**

Puisque la manipulation consiste à doser un acide faible par une base forte, on pourrait être tenté de vérifier que la valeur du pH à demi-équivalence est égale à celle du  $pK_A$  de l'acide L-ascorbique :

$$V_e / 2 \sim 8,5 \text{ mL} \quad \text{pH} = 4,74 \quad pK_A \text{ tabulé} = 4,2$$

Or on utilise de la vitamine C tamponnée, c'est-à-dire que la moitié de la quantité d'acide ascorbique présente dans la préparation a été transformée en ascorbate de sodium. De ce fait, c'est le pH initial qui correspond à la valeur du  $pK_A$  et cela correspond bien à la valeur relevée : le pH initial est égal au  $pK_A$  tabulé.

**Calculs**Titre de la soude :  $C_b = (8,3 \pm 2) 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ Masse  $m_a$  d'acide L-ascorbique dans un comprimé de vitamine C

$$m_a = M_a \frac{C_b V_e}{V_a} V \quad \Delta m_a = m_a \left[ \frac{\Delta C_b}{C_b} + \frac{\Delta V_e}{V_e} + \frac{\Delta V_a}{V_a} + \frac{\Delta V}{V} \right]$$

$$m_a = (249 \pm 2) \text{ mg}$$

Ce résultat est cohérent avec l'indication du fabricant selon laquelle le comprimé contenait 500 mg de vitamine C tamponnée soit 250 mg d'acide L-ascorbique.

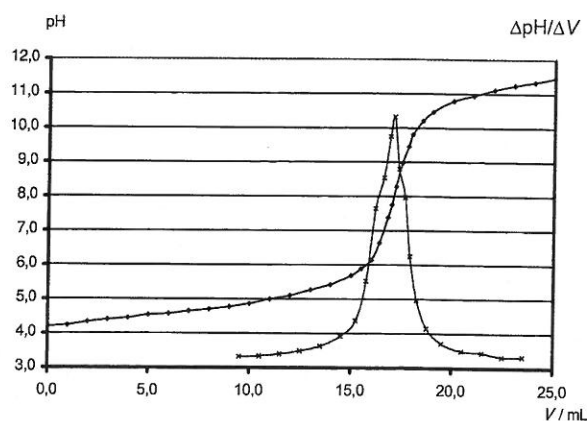


Fig. 3 F.13b : dosage de 10 mL de solution de vitamine C tamponnée par une solution à  $8,3 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  d'hydroxyde de sodium.