

Dosage des ions nitrite dans un jambon

Ces manipulations sont réalisables en 2 h .

Ce TP a été testé et rédigé par B.Discamps (Lycée Bel Orme , Bordeaux) et F.Rivoal (Lycée Saint Louis , Bordeaux) et proposé au concours régional des Olympiades de la Chimie à Bordeaux à des élèves de Terminale S et STL CLPI en 2001.

Principe :

On extrait les ions nitrite NO_2^- d'un jambon par l'eau bouillante. On ajoute ensuite une solution d'hexacyanoferrate de potassium ($\text{K}_4\text{FeCN}_6, 3\text{H}_2\text{O}$) et une solution d'éthanoate de zinc afin de faire précipiter toutes les substances qui peuvent troubler la solution (cette clarification s'appelle en langage technique une "défécation").

Les ions nitrite réagissent ensuite avec un réactif pour donner un produit coloré rose qui peut être dosé par spectrophotométrie visible.

Protocole :

1. Mise en solution des ions nitrite du jambon :

Matériel :

- Hachoir +balance à 0.01 g près
- Plaque chauffante + cristallisateur pour bain marie + support + barreau aimanté
- Support + noix de fixation + ballon de 100 mL + reflux + valet
- thermomètre
- Bécher de 250 mL
- Fiole de 200 mL + entonnoir à solide
- Pipette graduée de 5 mL
- Éprouvette de 50 mL
- Entonnoir + filtre plissé + support
- Parafilm®
- Propipette + gants + lunettes

Solutions et produits :

- Jambon sans couenne de marque Herta ("jambon de Paris cuit à l'étouffée")
- Solution de borax saturée
- Solution d'hexacyanoferrate de potassium ($\text{K}_4\text{FeCN}_6, 3\text{H}_2\text{O}$) à 106 g/L
- Solution d'éthanoate de zinc (220 g d'éthanoate de zinc dihydraté + 30 mL d'acide éthanoïque cristallisable par litre d'eau)

Manipulation :

- Peser avec précision environ 25 g de jambon haché dans un ballon de 100 mL
- Ajouter 5 mL de solution borax saturée et 50 mL d'eau distillée à température > 70°C
- Chauffer au bain marie bouillant , à reflux, sous agitation pendant 15 minutes
- Laisser refroidir
- Transvaser le contenu du ballon dans la fiole jaugée de 200 mL
- Ajouter 2 mL de la solution d'hexacyanoferrate de potassium puis 2 mL de solution d'éthanoate de zinc puis 50 mL d'eau distillée
- Agiter fortement
- Laisser reposer une ½ heure
- Compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée
- Filtrer la solution obtenue est appelée J

2. Préparation des échantillons pour la spectrophotométrie

Matériel :

- Pipettes jaugées de 2 mL , 10 mL et 20 mL
- Fiole jaugée de 100 mL
- 6 Tubes à essais propres et secs + portoir
- 6 cuves spectrophotométriques
- Spectrophotomètre
- Papier filtre + papier Joseph

Solutions :

- Réactif R des ions nitrites (5 g d'acide sulfanilique + 140 mL d'acide éthanoïque pur + 800 mL d'eau distillée puis 80 mg de N-1-naphtyl éthylène diamine puis compléter à 1L avec de l'eau distillée. Chauffer , laisser refroidir et filtrer).Il est préférable de préparer ce réactif le jour même de l'utilisation.

Pictogramme relatif au réactif :

Xi : R36-38-43



- Solution A de référence de nitrite de sodium à 0,0500 g/L à préparer le jour même
- Solution J obtenue à partir du jambon dans le 1 .

Manipulation :

- Diluer dix fois la solution A soit A' la solution obtenue
 - Préparer simultanément et assez rapidement les solutions à analyser par spectrophotométrie de la façon suivante :
- ☞ Introduire dans les tubes à essais :

Tube à essais n°		
0	2 mL d'eau distillée	20 mL de R
A' ₁	2 mL de A'	20 mL de R
A' ₂	2 mL de A'	20 mL de R
J ₁	2 mL de J	20 mL de R
J ₂	2 mL de J	20 mL de R

- ☞ Homogénéiser
- ☞ Transvaser chaque solution dans une cuve spectrophotométrique et mesurer l'absorbance à 526 nm après 10 minutes.

Remarque : si on dispose de plus de temps on peut procéder autrement et réaliser une gamme spectrophotométrique : la linéarité est correcte jusqu'à 10mg/L de nitrite de sodium mais on n'a besoin que de quelques points autour de la valeur obtenue pour la solution J qui est de l'ordre de 1 mg/L .(voir annexe)

Questionnaire :

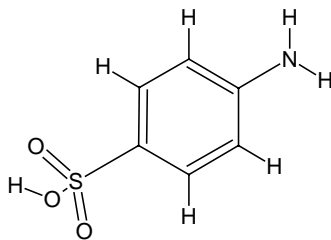
1. Mise en solution des nitrites du jambon:

Masse de jambon pesée : m = g

- A quoi sert le reflux ?
- Quand on met en solution le borax $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, il se produit la réaction :
 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2 \text{Na}^+ + 2 \text{HBO}_2 + 2 \text{BO}_2^-$
 HBO_2 est l'acide borique .
Quelle est la nature de la solution obtenue ? Quelles sont ses propriétés ?
- Pourquoi est-il indispensable de déféquer la solution pour la suite du TP ?

2. Préparation des échantillons pour la spectrophotométrie :

- Quelles précautions opératoires faut-il prendre pour manipuler le réactif R?Justifier
- L'acide sulfanilique présent dans le réactif R a pour formule :



Quels groupes fonctionnels y reconnaissez -vous ?(Les entourer et les nommer sur la formule)

- Exprimer la concentration massique $C_{A'}$ de A' en fonction de celle de A , C_A .
Application numérique :
- Définir l'absorbance d'une solution :
- Enoncer la loi de Beer-Lambert
- Donner les conditions de validité de la loi de Beer Lambert

- A quelle couleur correspond la longueur d'onde de travail choisie pour l'analyse spectrophotométrique ? Quel est le lien entre cette couleur et la couleur des solutions dans les cuves ?
- Donner la relation entre l'absorbance de A', l'absorbance A_J de J, C_{A'} et la concentration en nitrite de sodium C_J de la solution J?
- Remplir la feuille de résultats ci-dessous :

	Absorbance	Moyenne des absorbances	Concentration en mg de NaNO ₂ /L
Cuve O			
Cuve A' ₁			
Cuve A' ₂			
Cuve J ₁			
Cuve J ₂			

- En déduire le taux de nitrite dans le jambon en mg de nitrite de sodium par kg de jambon (expliquer le raisonnement) :

Taux de nitrite = _____ mg de nitrite de sodium / kg de jambon
--

- Les normes européennes pour la charcuterie stipulent :
Taux de nitrites < 150 mg de nitrite de sodium /kg de jambon
Conclure .

3. Questions relatives aux nitrites :

- A quoi servent les ions nitrite dans les produits alimentaires ?
- Pourquoi est-il cependant nécessaire de limiter leur taux dans les aliments ?
- Les aliments contenant des ions nitrate sont transformés grâce à une enzyme présente dans la salive des nourrissons en ions nitrite.
Donner la formule des ions nitrate ?
Ecrire la demi-équation rédox relative au couple nitrate /nitrite .

Bibliographie :

- norme AFNOR NF V 04-409 :viandes et produits à base de viande : détermination de la teneur en nitrites (méthode de référence)
- « Des Teintures Egyptiennes aux micro-ondes » .Bureau et Defranceschi. Editions Ellipses
- « Ecolo Chimie ».André et al. Association Culture et Techniques. IUFM de Nantes.

ANNEXE :

Fabrication d'une gamme spectrophotométrique :

On fabrique une solution M en introduisant $m = 1,045$ g de nitrite de sodium dans une fiole jaugée de 1L

La solution M est ensuite diluée 20 fois , on obtient une solution A à 0,0523 g/L

On fabrique alors les solutions suivantes :

Solution fille	Volume de A prélevé à la pipette jaugée ou à la burette	Volume de dilution (fiole jaugée)	concentration en NaNO_2 en mg/L
1	5	200	1,31
2	5	100	2,61
3	7,5	100	3,92
4	10	100	5,23
5	20	100	10,4

Introduire dans des tubes à essais :

Tube à essais n°		
0	2 mL d'eau distillée	20 mL de R
N° i	2 mL de solution fille i	20 mL de R

Tracé de la courbe d'étalonnage :

On mesure alors les absorbances des solutions à 526 nm :

	Absorbance	Concentration en mg de NaNO_2 /L
Cuve 0	0	0
Cuve 1	0,071	1,31
Cuve 2	0,143	2,61
Cuve 3	0,219	3,92
Cuve 4	0,295	5,23
Cuve 5	0,590	10,4

Courbe d'étalonnage pour le dosage des ions nitrite

