

Application Bulletin

D'intérêt pour: Fabrication de vinaigre, denrées alimentaires

A, G 7

Analyse titrimétrique du vinaigre

Résumé

La qualité d'un vinaigre dépend de différents facteurs. Étant donné que les quantités des divers composants diffèrent déjà considérablement d'une bouteille à l'autre, il est impossible de donner des valeurs moyennes.

Ce bulletin décrit la détermination des paramètres suivants dans du vinaigre: la valeur pH, l'acide total titrable, l'acide volatil et non volatil, l'acide minéral libre ainsi que l'acide sulfureux libre et total.

Appareils et accessoires

- Titrino ou Titrande avec Dosino ou Dosimat
- Agitateur magnétique
- Unités interchangeables (pour la soude caustique éventuellement avec flacon à réactif en polyéthylène)
- Profirode 6.0255.100, électrode de verre pH combinée à double jonction avec diaphragme rodé séparable
- Électrode double à 2 feuilles de Pt 6.0309.100
- Câble d'électrode 6.2104.020
- Appareil pour entraînement à la vapeur

Réactifs

- Réactif de titrage: soude caustique, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$
- Réactif de titrage: soude caustique, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$
- Réactif de titrage: acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/L}$
- Réactif de titrage: solution d'iodure/iodate, $c(1/6 \text{ KIO}_3) = 1/64 \text{ mol/L}$:
Dissoudre 0,5573 g d'iodate de potassium (séché à 150 °C au maximum) dans environ 700 mL d'eau distillée. Ajouter 3,5 g d'iodure de potassium et les dissoudre, puis compléter à 1 L avec de l'eau distillée.
- Acide sulfurique, $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 25\%$
- Solution d'iodure de potassium, $w(\text{KI}) = 5\%$
- Solutions tampons pH = 4,00 (6.2307.100) et pH = 7,00 (6.2307.110)

Analyse**1. Valeur pH**

L'électrode de verre pH est calibrée à l'aide des solutions tampons pH = 4,00 et pH = 7,00. Mesurer ensuite en agitant la valeur pH de l'échantillon de vinaigre non dilué. Le résultat est donné avec une décimale.

2. Acide total titrable

Diluer 10,0 mL de vinaigre avec 50 mL d'eau distillée exempte de CO₂ dans un bécher en verre et titrer avec c(NaOH) = 1 mol/L utilisant l'électrode de verre pH combinée.

Calcul

1 mL de c(NaOH) = 1 mol/L correspond à 0,06 g d'acide acétique

g d'acide acétique / 100 mL d'échantillon = EP1 * C01 * C02 / C00

EP1 = consommation du réactif de titrage en mL

C00 = 10,0 (volume d'échantillon en mL)

C01 = 0,06

C02 = 100 (facteur de conversion: le résultat se réfère à 100 mL d'échantillon)

3. Acide volatil

Verser 10,0 mL de vinaigre et 10 mL d'eau distillée dans un ballon à fond rond et soumettre cette solution à un entraînement à la vapeur jusqu'à obtention d'environ 400 mL de distillat. Pendant la distillation le volume de liquide contenu dans le ballon de distillation doit être maintenu à environ 20 mL.

Chauffer maintenant le distillat jusqu'à ce qu'il commence à bouillir, le laisser refroidir et titrer avec c(NaOH) = 1 mol/L à pH = 8,5 utilisant le mode SET; la consommation du réactif de titrage étant A mL.

Ajouter ensuite à ce distillat 5 mL de w(H₂SO₄) = 25% et 10 mL de w(KI) = 5% et déterminer l'acide sulfureux ayant été éventuellement distillé simultanément par titrage avec la solution d'iodure/iodate (voir point 6.); la consommation résultant du réactif de titrage étant B mL.

Calcul

L'acide volatil est exprimé en g d'acide acétique / 100 mL d'échantillon avec une décimale.

RS1 [consommation de c(NaOH) = 1 mol/L pour l'acide sulfureux en mL]
= 1/64 * B

RS2 = g d'acide acétique / 100 mL d'échantillon = C01 * (A – RS1)

A = consommation de c(NaOH) = 1 mol/L pour le premier titrage en mL

B = consommation de la solution d'iodure/iodate pour le deuxième titrage en mL

C01 = 6 (facteur de conversion)

4. Acide non volatil

Rincer le résidu de distillation obtenu sous 3. (contenu du ballon) avec de l'eau distillée dans un bécher en verre et titrer avec $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ à $\text{pH} = 8,5$ utilisant le mode SET.

Calcul

1 mL de $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ correspond à

0,07505 g d'acide tartrique
0,06705 g d'acide malique
0,06404 g d'acide citrique
0,09008 g d'acide lactique

$\text{g d'acide non volatil} / 100 \text{ mL d'échantillon} = \text{EP1} * \text{C01} * \text{C02} / \text{C00}$

EP1 = consommation du réactif de titrage en mL

C00 = 10,0 (volume d'échantillon en mL)

C01 = facteur de conversion pour l'acide carboxylique respectif (voir ci-dessus)

C02 = 100 (facteur de conversion: le résultat se réfère à 100 mL d'échantillon)

5. Acide minéral libre

Pipetter 10,0 mL de vinaigre dans un ballon gradué de 100 mL, compléter à la marque avec de l'eau distillée et mélanger. Pipetter 5,0 mL de cette dilution (correspondant à 0,5 mL de l'échantillon original) dans un bécher en verre, diluer à environ 40 mL avec de l'eau distillée et titrer avec $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$ à $\text{pH} = 8,5$ utilisant le mode SET; la consommation du réactif de titrage étant A mL.

Ensuite, dans un deuxième titrage SET, titrer en retour à $\text{pH} = 3,9$ avec $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/L}$; la consommation résultant du réactif de titrage étant B mL.

Calcul

Le résultat est exprimé en mg d'acide minéral / 100 mL d'échantillon sans décimale.

1 mL de $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$ correspond à

3,65 mg HCl
6,30 mg HNO_3
4,90 mg H_2SO_4

$\text{mg d'acide minéral} / 100 \text{ mL d'échantillon} = (\text{A} - \text{B}) * \text{C01} * \text{C02} / \text{C00}$

A = consommation de $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$ pour le premier titrage en mL

B = consommation de $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/L}$ pour le deuxième titrage en mL

C00 = 0,5 (volume d'échantillon utilisé en mL échantillon original)

C01 = facteur de conversion pour l'acide minéral respectif (voir ci-dessus)

C02 = 100 (facteur de conversion: le résultat se réfère à 100 mL d'échantillon)

6. Acide sulfureux libre

Pipetter 50 mL de vinaigre dans un bécher en verre, ajouter 5 mL de $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 25\%$ et 10 mL de $w(\text{KI}) = 5\%$ et titrer avec la solution d'iode/iodate utilisant le mode MET I_{pol} ($I_{\text{pol}} = 1 \mu\text{A}$).

Calcul

$$\text{mg/L SO}_2 = \text{EP1} * \text{C01}$$

EP1 = consommation du réactif de titrage en mL

C01 = 10 (facteur de conversion)

7. Acide sulfureux total

L'acide sulfureux lié est libéré à l'aide de soude caustique.

Pipetter 25 mL de $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ et 50 mL de vinaigre dans un bécher en verre et laisser réagir pendant 15 min sous agitation. Ajouter ensuite 10 mL de $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 25\%$ et 10 mL $w(\text{KI}) = 5\%$ et titrer avec la solution d'iode/iodate utilisant le mode MET I_{pol} ($I_{\text{pol}} = 1 \mu\text{A}$).

Calcul

$$\text{mg/L SO}_2 = \text{EP1} * \text{C01}$$

EP1 = consommation du réactif de titrage en mL

C01 = 10 (facteur de conversion)

Remarque

L'électrode double à deux feuilles de Pt doit être régénérée de temps en temps (voir la fiche technique de l'électrode).

```

'pa
736 GP Titrimo           04268  736.0011
date 00-05-22           time 15:00    7
MET pH                  tacid m
parameters
>titration parameters
  V step                 0.10 ml
  titr.rate              max. ml/min
  signal drift           50 mV/min
  equilibr.time          26 s
  start V:               OFF
  pause                  0 s
  dos.element:           internal D0
  meas.input:            1
  temperature            22.5 °C
>stop conditions
  stop V:                abs.
  stop V                 13 ml
  stop pH                 OFF
  stop EP                 9
  filling rate           max. ml/min
>statistics
  status:                OFF
>evaluation
  EPC                    0.50
  EP recognition:        all
  fix EP1 at pH         OFF
  pK/HNP:                OFF
>preselections
  req.ident:             OFF
  req.smpl size:         OFF
  activate pulse:        OFF
=====
    
```

Fig. 1: Rapport des paramètres du Titrimo pour la détermination de l'acide total titrable.

```

'fr
736 GP Titrimo           04268  736.0011
date 00-05-22           time 15:00    7
pHc(init)               3.07    MET pH  tacid m
smpl size                10 ml
EP1                      7.589 ml          9.21
tacid m                  4.56 g/0.1L
temp.                    22.5 C
time                      446 s
stop V reached
=====
    
```

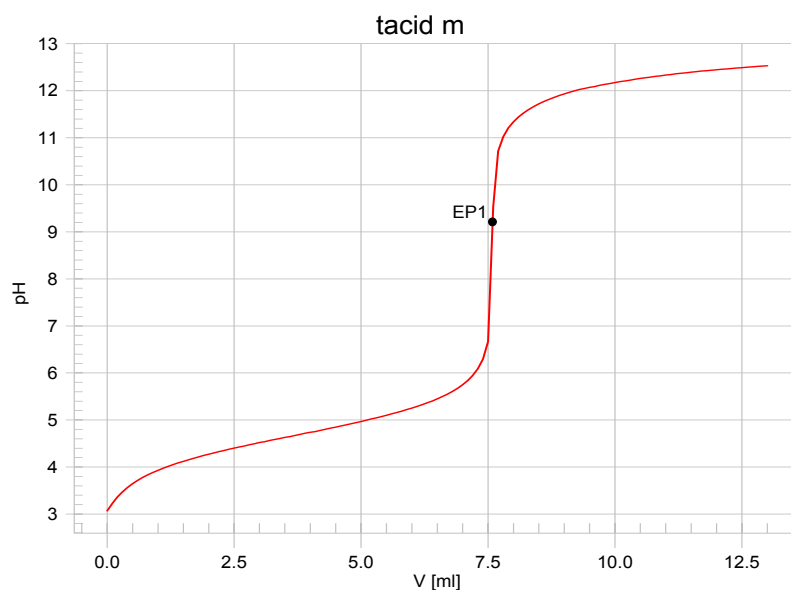


Fig. 2: Rapport des résultats et courbe de titrage pour la détermination de l'acide total titrable dans du vinaigre.

```

'pa
736 GP Titrino          04268  736.0011
date 00-05-23          time 16:15      1
SET pH                  vol acid
parameters
>SET1
  EP at pH              8.50
  dynamics              2
  max.rate              10.0 ml/min
  min.rate              25.0 µl/min
  stop crit:           drift
  stop drift            20 µl/min
>SET2
  EP at pH              OFF
>titration parameters
  titr.direction:      auto
  pause 1              0 s
  start V:              OFF
  pause 2              0 s
  extr.time            0 s
  dos.element:         internal D0
  meas.input:          1
  temperature          26.6 °C
>stop conditions
  stop V:              abs.
  stop V                20 ml
  filling rate          max. ml/min
>statistics
  status:              OFF
>preselections
  conditioning:        OFF
  req.ident:           OFF
  req.smpl size:       value
  activate pulse:      OFF
=====
    
```

Fig. 3: Rapport des paramètres pour la détermination de l'acide volatil et non volatil.

```

'pa
736 GP Titrino          04268  736.0011
date 00-05-29          time 14:22     13
SET pH                  mineral2
parameters
>SET1
  EP at pH              3.90
  dynamics              2
  max.rate              10.0 ml/min
  min.rate              25.0 µl/min
  stop crit:           drift
  stop drift            20 µl/min
>SET2
  EP at pH              OFF
>titration parameters
  titr.direction:      auto
  pause 1              0 s
  start V:              OFF
  pause 2              0 s
  extr.time            0 s
  dos.element:         internal D0
  meas.input:          1
  temperature          23.6 °C
>stop conditions
  stop V:              abs.
  stop V                20 ml
  filling rate          max. ml/min
>statistics
  status:              OFF
>preselections
  conditioning:        OFF
  req.ident:           OFF
  req.smpl size:       value
  activate pulse:      OFF
=====
    
```

Fig. 4: Rapport des paramètres pour la détermination de l'acide minéral libre.

```
'pa
736 GP Titrino          04268  736.0011
date 00-05-31          time 15:27    12
MET Ipol                freeSO2
parameters
>titration parameters
  V step                0.10 ml
  titr.rate             max. ml/min
  signal drift         50 mV/min
  equilibr.time        10 s
  start V:             OFF
  pause                0 s
  dos.element:         internal D0
  I(pol)               1 µA
  electrode test:      OFF
  temperature          25.6 °C
>stop conditions
  stop V:              abs.
  stop V               5 ml
  stop U               OFF mV
  stop EP              9
  filling rate         max. ml/min
>statistics
  status:              OFF
>evaluation
  EPC                  30 mV
  EP recognition:      all
  fix EP1 at U        OFF mV
>preselections
  req.ident:           OFF
  req.smpl size:       value
  activate pulse:      OFF
=====
```

Fig. 5: Rapport des paramètres pour la détermination de l'acide sulfureux libre.

```
'fr
736 GP Titrino          04268  736.0011
date 00-05-31          time 15:27    12
U(init)                29 mV MET Ipol freeSO2
smpl size              50 ml
EP1                    2.750 ml          94 mV
free SO2               27.53 mg/l
time                   189 s
stop V reached
=====
```

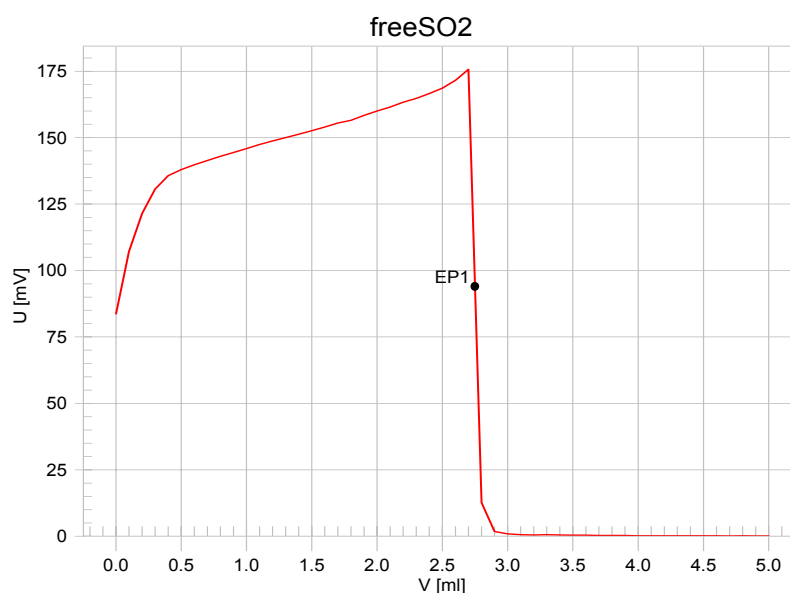


Fig. 6: Rapport des résultats et courbe de titrage pour la détermination de l'acide sulfureux libre dans du vinaigre.

```
'pa
736 GP Titrino          04268  736.0011
date 00-05-31          time 15:50    14
MET Ipol                totSO2
parameters
>titration parameters
  V step                0.15 ml
  titr.rate             max. ml/min
  signal drift          50 mV/min
  equilibr.time         1 s
  start V:              OFF
  pause                 0 s
  dos.element:          internal D0
  I(pol)                1 µA
  electrode test:       OFF
  temperature           26.1 °C
>stop conditions
  stop V:               abs.
  stop V                5 ml
  stop U                OFF mV
  stop EP               9
  filling rate          max. ml/min
>statistics
  status:               OFF
>evaluation
  EPC                   30 mV
  EP recognition:       greatest
  fix EP1 at U         OFF mV
>preselections
  req.ident:            OFF
  req.smpl size:        value
  activate pulse:      ON
=====
```

Fig. 7: Rapport des paramètres pour la détermination de l'acide sulfureux total.

```
'fr
736 GP Titrino          04268  736.0011
date 00-05-31          time 15:51    14
U(init)                27 mV MET Ipol  totSO2
smpl size              50 ml
EP1                    2.886 ml          73 mV
tot SO2                28.90 mg/l
time                   60 s
stop V reached
=====
```

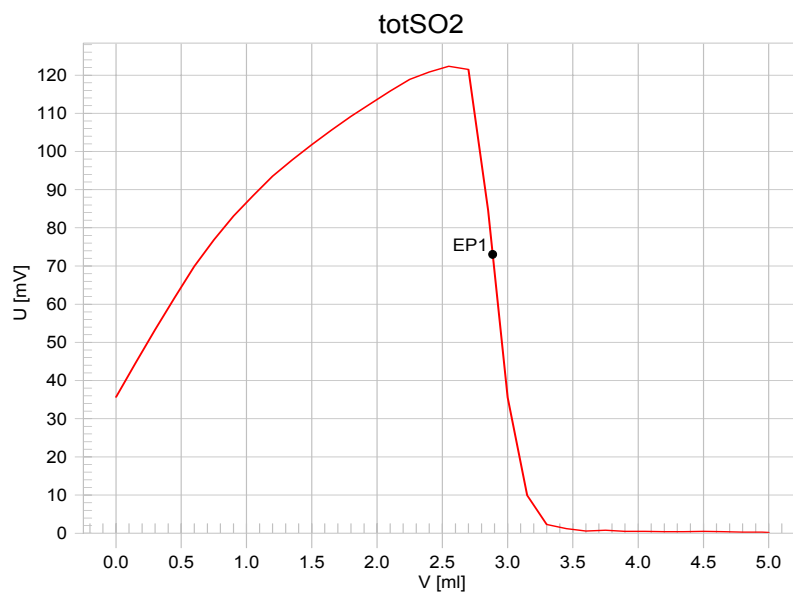


Fig. 8: Rapport des résultats et courbe de titrage pour la détermination de l'acide sulfureux total dans du vinaigre.