



Application Note AN-T-230

Quantification des 1,2-diols par titrage redox iodométrique

Clivage oxydatif utilisé comme traitement d'échantillon de prétitration pour analyser le mannitol, la glycérine et bien plus encore.

RÉSUMÉ

La détermination de la teneur en mannitol est un aspect important du contrôle de la qualité dans les industries pharmaceutiques et alimentaires. Dans l'industrie pharmaceutique, le mannitol est utilisé comme excipient dans la production de comprimés, de gélules et d'autres formes de dosage. Il est également utilisé comme édulcorant dans les produits alimentaires. Le clivage oxydatif sélectif peut être utilisé pour quantifier la quantité de groupes 1,2-diol dans l'analyte. Des molécules comme le mannitol ou la glycérine sont oxydées dans des conditions ambiantes. Lors de l'oxydation d'un équivalent de

diol, l'ion périodate est réduit en iodate. L'atome d'iode passe d'un état d'oxydation de +7 à +5 et, en présence d'ions iodure et d'acide, l'iode se forme à partir du periodate et de l'iodate. L'iode formé peut être titré avec une solution de thiosulfate. L'ajout automatisé de réactifs et la détermination automatisée d'un blanc permettent d'obtenir des résultats reproductibles avec un RSD très faible. Grâce à l'utilisation d'électrodes numériques, tous les composants utilisés sont entièrement tracables et conformes.

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS ET DES BLANCS

Cette application est démontrée sur le mannitol, la glycérine et le glycol.

Après avoir pesé l'échantillon dans un bécher en verre

ambré, la solution de périodate a été ajoutée. Le mélange réactionnel a ensuite été couvert et conservé dans l'obscurité pendant 30 minutes.

EXPERIMENTAL

Les solutions de blanc et d'échantillon ont été titrées après un temps de réaction de 30 minutes. Avant le titrage, la solution d'iodure de potassium et l'acide sulfurique ont été ajoutés automatiquement. En utilisant la configuration de l'instrument illustrée à la

figure 1, l'échantillon a ensuite été titré avec une solution de thiosulfate jusqu'après le premier point d'équivalence avec la Titrode dPt. L'ensemble du processus peut être automatisé afin de minimiser les erreurs de manipulation.



Figure 1. Titrateur OMNIS avec un module de dosage OMNIS et un robot d'échantillonage OMNIS S.

RÉSULTATS

La détermination de diverses molécules contenant des diols (**tableau 1**) a donné des résultats très précis avec un pourcentage de récupération/poids

significatif dans l'échantillon. Un exemple de détermination est illustré à la **figure 2**.

Tableau 1. Résultats de la détermination des diols par clivage oxydatif.

Échantillon	Résultat wt%	RSD en %
Mannitol	101.62	0.36
Glycérol	101.99	2.14
Glycol	100.72	0.17

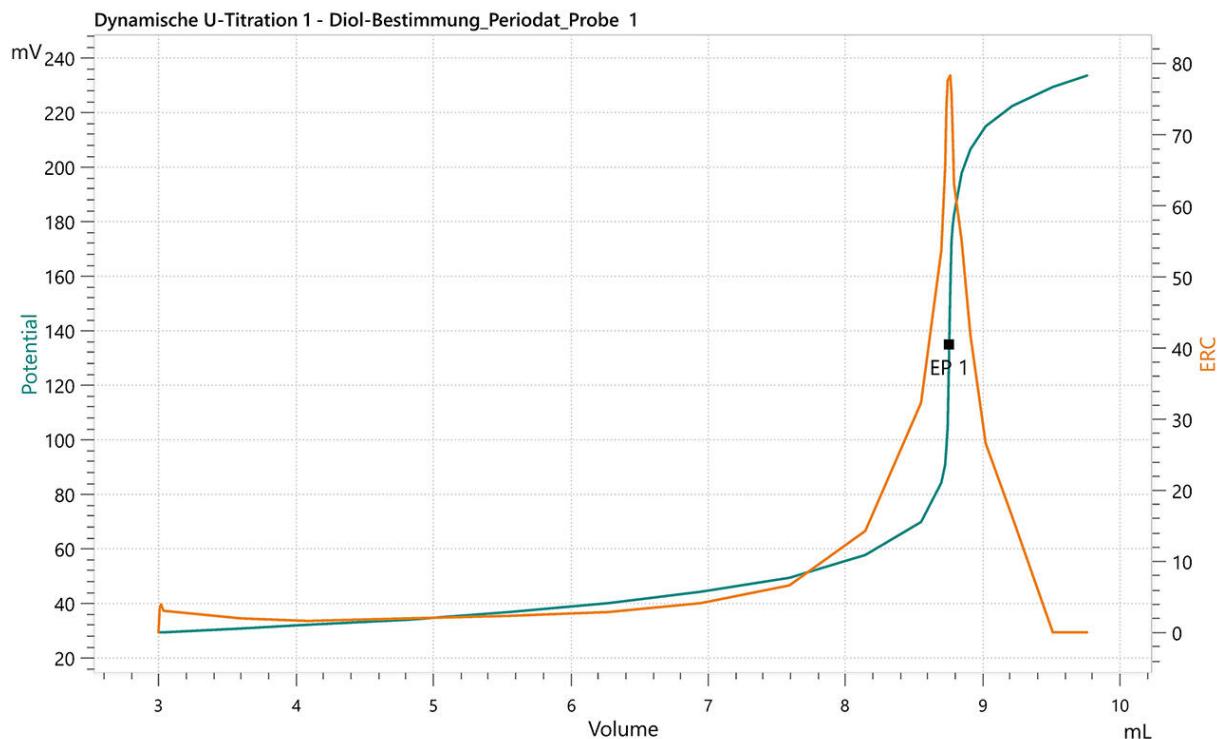


Figure 2. Exemple de courbe de détermination des diols dans le mannitol.

CONCLUSION

Les titreurs automatisés de Metrohm peuvent être très utiles pour déterminer la teneur en 1,2-diol par titrage iodométrique. Ces titreurs sont conçus pour automatiser le processus de titrage et fournir des résultats exacts et précis. Ils ont également la capacité d'effectuer plusieurs titrages dans un court laps de temps et de contrôler et surveiller l'ensemble du processus de titrage, y compris l'ajout de réactifs, les

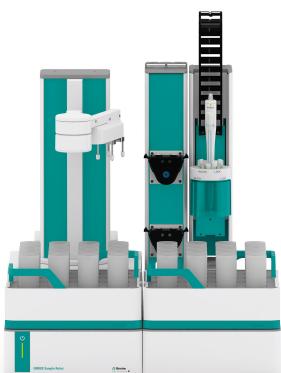
mesures et la détection du point final. Dans l'ensemble, l'utilisation de titreurs automatiques Metrohm peut améliorer l'efficacité et la précision de la détermination des 1,2-diols par titrage iodométrique et peut être un outil utile pour le contrôle de la qualité dans les industries pharmaceutiques et alimentaires.

CONTACT

Metrohm Suisse SA
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

CONFIGURATION



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot S avec un module de pompe « péristaltique » (2 canaux) et un module Pick&Place et de nombreux accessoires pour un accès direct au titrage entièrement automatisé. Le système offre, dans ses deux racks d'échantillons, de la place pour 32 bêchers d'échantillon de 120 mL. Ce système modulaire est livré entièrement monté et peut donc être mis en service dans un temps record.

Sur demande, il est encore possible d'ajouter au système deux pompes péristaltiques et un autre module Pick&Place, ce qui permet de doubler le débit. Si d'autres stations de travail sont nécessaires, ce Sample Robot peut évoluer jusqu'à la taille L de l'OMNIS Sample Robot. Les échantillons de sept racks peuvent ainsi être traités en parallèle sur quatre modules Pick&Place maximum, ce qui multiplie par quatre le débit d'échantillons.