

Compétences exigibles :

- Pratiquer une démarche expérimentale pour déterminer la concentration d'une espèce à l'aide de courbes d'étalonnage en utilisant la spectrophotométrie et la conductimétrie, dans le domaine de la santé, de l'environnement ou du contrôle de la qualité

- Pratiquer une démarche expérimentale pour déterminer la concentration d'une espèce chimique par titrage par le suivi d'une grandeur physique et par la visualisation d'un changement de couleur, dans le domaine de la santé, de l'environnement ou du contrôle de la qualité

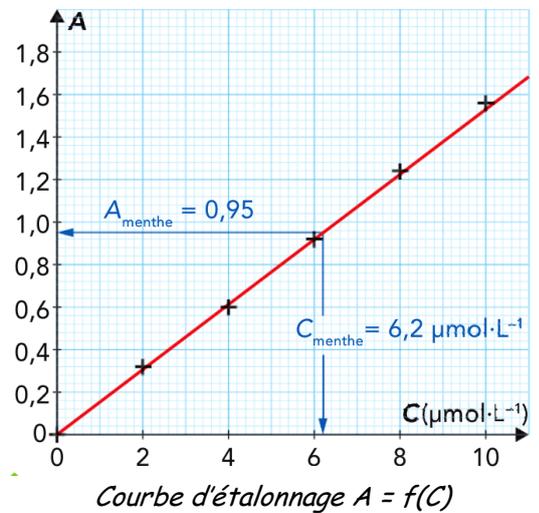
1 Le dosage

Réaliser un dosage, c'est déterminer, avec la plus grande précision possible, la concentration d'une espèce chimique en solution.

1. Le dosage par étalonnage (TP4A)

Réaliser un dosage par étalonnage consiste à déterminer la concentration d'une espèce en solution en comparant une grandeur physique, caractéristique de la solution, à la même grandeur physique mesurée pour des solutions étalon.

Exemple : on peut déterminer la concentration molaire en colorant bleu dans un bonbon en réalisant une échelle de teinte et en mesurant l'absorbance A. (cf. spectroscopie visible, TP7A).



2. Le dosage par titrage direct

Un dosage par titrage direct est une technique de dosage mettant en jeu une réaction chimique. La réaction de titrage doit être quantitative, c'est-à-dire totale, rapide et unique.

Un réactif titrant, dont on connaît parfaitement la concentration, réagit avec un réactif titré dont on cherche la concentration. Très généralement, le réactif titrant est introduit dans une burette graduée et un volume connu de réactif titré (mesuré à la pipette jaugée) est introduit dans un bécher ou un erlenmeyer.

Remarque : cette méthode est destructive puisque la solution à doser est consommée lors de la réaction chimique.

a. Définition de l'équivalence

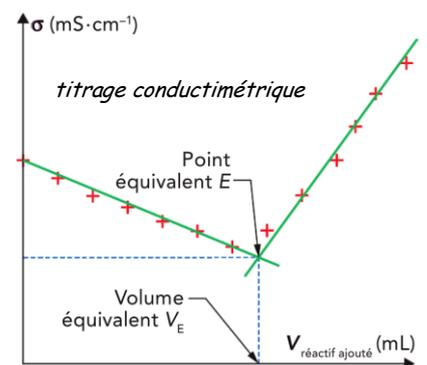
L'équivalence d'un titrage est atteinte lorsqu'on a réalisé un mélange stœchiométrique du réactif titrant et du réactif titré. Les deux réactifs sont alors totalement consommés.

b. Cas du titrage conductimétrique (TP4B)

Un titrage conductimétrique peut être envisagé lorsque la réaction support du titrage fait intervenir des ions.

Si au cours d'un titrage conductimétrique la dilution est négligeable, le graphe $\sigma = f(V_{\text{réactif ajouté}})$ est constitué de deux droites.

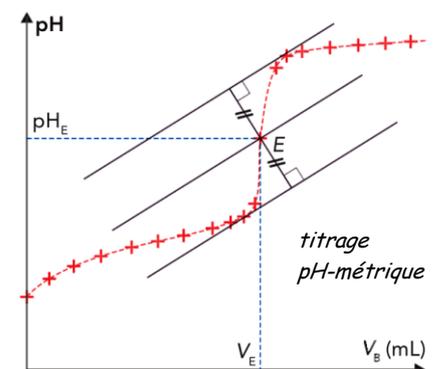
Le point d'intersection de ces droites permet de repérer l'équivalence du titrage.



c. Cas du titrage pH-métrique (TP10B)

Un titrage pH-métrique peut être envisagé lorsque la réaction support du titrage est une réaction acido-basique.

Lors d'un titrage pH-métrique, la brusque variation de pH du graphe $\text{pH} = f(V_{\text{réactif ajouté}})$ permet de repérer l'équivalence du titrage.



2 Exemple de dosage par étalonnage

TP4A

Très souvent utilisé dans le domaine médical, le sérum physiologique est une solution aqueuse de chlorure de sodium à 0,9% en masse.



Le but de ce TP est d'effectuer un contrôle qualité sur le serum physiologique afin de vérifier sa concentration massique de 9,0 g.L⁻¹.

Partie A. Réalisation des solutions étalons en chlorure de sodium

On souhaite réaliser 4 solutions filles S_i de volume V_i = 50,0 mL en diluant une solution mère S₀ de chlorure de sodium de concentration molaire C₀ = 1,0 × 10⁻² mol.L⁻¹ selon le tableau suivant :

Solution S _i	S ₄	S ₃	S ₂	S ₁	S ₀
Volume V de solution S ₀ versé (en mL)	10,0	20,0	30,0	40,0	50,0
Concentration molaire C _i (en mol .L ⁻¹)					
Conductivité σ _i mesurée en μS.cm ⁻¹					

1. Déterminer la concentration molaire des solutions filles préparées (en justifiant soigneusement un des calculs sur le compte-rendu) et compléter la troisième ligne du tableau.

☞ Préparer les 4 solutions filles par dilution.

Appel n°1 	Appeler le professeur et réaliser devant lui une des dilutions
----------------------	---

☞ Verser chaque solution S_i préparée dans un bécher numéroté.

☞ Mesurer la conductivité σ des solutions étalons, de la plus diluée à la plus concentrée, en rinçant et en séchant délicatement au papier filtre la cellule conductimétrique entre chaque mesure.

2. Compléter la quatrième ligne du tableau ci-dessus.

Partie B. Exploitation des mesures

A l'aide du tableur-grapheur *Regressi*, tracer le graphique représentant la conductivité σ_i en fonction de la concentration molaire C_i.

Appel n°2 	Appeler le professeur pour lui présenter votre montage ou en cas de difficulté
----------------------	---

3. Décrire et interpréter ce graphique.

☞ Modéliser le graphique sur *Regressi*.

Le sérum physiologique commercial étant trop concentré, on a donc préparé au laboratoire une solution S' de concentration C' diluée 20 fois.

☞ Mesurer la conductivité σ' de la solution diluée de sérum physiologique. σ' =

Partie C. Réponse au problème

4. Utiliser la courbe d'étalonnage pour déterminer la concentration molaire de la solution diluée de sérum physiologique C'.

5. En déduire la concentration molaire de la solution commerciale de sérum physiologique C_S.

6. En déduire la concentration massique en chlorure de sodium t_S.

Donnée : masse molaire du chlorure de sodium M(NaCl) = 58,5 g.mol⁻¹

7. La concentration massique indiquée par le fabricant est-elle conforme à celle déterminée expérimentalement ? Justifier en calculant l'écart relatif.

8. Tous les binômes ont-ils trouvé le même résultat ? Calculer la teneur moyenne t_{moy} de tous les groupes. Identifier les différentes sources d'erreurs.

9. Ecrire le résultat sous la forme t_S = t_{moy} ± U(t).

Donnée : formule pour le calcul de l'incertitude de répétabilité : $U(t) = 2 \cdot \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$ (avec σ l'écart-type; n le nombre de groupes)

3 Exemple de dosage par titrage conductimétrique

TP4B

Les eaux minérales contiennent des espèces dissoutes appelées « sels minéraux ». La législation impose un étiquetage précisant la concentration des différents sels minéraux. L'étiquette de l'eau Vichy-Saint Yorre donne les informations suivantes, exprimées en mg/L :



calcium : 90	potassium : 132	sodium : 1708	magnésium : 11
sulfate : 174	hydrogénocarbonate : 4368	chlorure : 322	fluorure : 9

Le but de ce TP est d'effectuer un contrôle qualité sur l'eau de Vichy-Saint Yorre afin de vérifier sa teneur en ions chlorure Cl^- .

Les ions chlorures seront dosés par titrage conductimétrique à l'aide d'une solution de nitrate d'argent ($\text{Ag}^+_{(\text{aq})} + \text{NO}_3^-_{(\text{aq})}$) de concentration molaire $c = 2,5 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. Au cours de la réaction, il se forme un précipité de chlorure d'argent $\text{AgCl}_{(\text{s})}$.

Partie A. Mise en place et mesures

- ☞ Rincer la burette graduée, d'abord à l'eau distillée puis avec la solution titrante de nitrate d'argent.
- ☞ Remplir correctement la burette graduée avec la solution titrante (bien faire attention au ménisque sur le « zéro » et enlever les bulles d'air en bas de la burette).
- ☞ Dans un grand bécher, introduire 20,0 mL d'eau minérale Vichy-Saint Yorre.
- ☞ Placer le bécher sur l'agitateur magnétique. Mettre le barreau aimanté dans le bécher puis mettre l'agitation en fonctionnement (de manière modérée).
- ☞ Rincer la sonde conductimétrique puis essuyer sans frotter le bout de la sonde à l'aide de papier-filtre.
- ☞ Immerger la cellule conductimétrique dans le bécher et rajouter éventuellement de l'eau distillée pour que la sonde soit bien immergée.

Appel n°1 Appeler le professeur pour lui présenter votre montage ou en cas de difficulté

☞ Relever directement dans le tableau ci-dessous la conductivité σ de la solution pour un volume $V_{\text{réactif}}$ ajouté de nitrate d'argent versé.

$V_{\text{réactif}}$ ajouté (mL)	0	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0	7,0	8,0	9,0	10,0	11,0	12,0	13,0
σ ($\text{mS} \cdot \text{cm}^{-1}$)														

Partie B. Exploitation des mesures

- ☒ 1. Réaliser un schéma annoté du montage.
- ☒ 2. Ecrire l'équation de la réaction de titrage.
- ☒ 3. Préciser, dans le tableau ci-contre, l'évolution de la concentration molaire des ions présents dans la solution.

Ions présents dans la solution	Ag^+	Cl^-	NO_3^-	Autres ions
Avant l'équivalence				
Après l'équivalence				

Utiliser les symboles « \uparrow », « \downarrow », « \rightarrow » ou « 0 » si l'ion n'est pas présent.

Remarque : on négligera la variation de volume de la solution dans le bécher lors de l'ajout de la solution de nitrate d'argent).

- ☒ 4. D'après le tableau précédent, préciser comment évolue la conductivité de la solution au fur et à mesure que l'on verse le réactif titrant. On distinguera 2 cas : avant et après l'équivalence.

Données : conductivité molaire ionique λ de différents ions :

ions	Ag^+	Cl^-	NO_3^-
λ ($\text{mS} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$)	6,2	7,6	7,1

- ☞ Tracer, grâce au logiciel *Regressi*, le graphe représentant la conductivité σ de la solution en fonction du volume $V_{\text{réactif}}$ ajouté de nitrate d'argent versé.

Appel n°2 Appeler le professeur pour lui présenter votre graphique ou en cas de difficulté

- ☒ 5. Déterminer la valeur du volume de nitrate d'argent $V_{\text{éq}}$ versé à l'équivalence. On utilisera le graphique imprimé que l'on annotera pour justifier la réponse.

Partie C. Réponse au problème

- ☒ 6. En déduire la concentration molaire puis la concentration massique des ions chlorure dans l'eau de Vichy Saint-Yorre.
Donnée : masse molaire des ions chlorure : $M = 35,5 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$.
- ☒ 7. Déterminer l'écart relatif de la mesure. Commenter.