



RONÉOS DFGSP2 2020 - 2021

UE PL2.1 : ATGB 6

Date : 04/09/20

Plage horaire : 9h25-10h25

Enseignant : LANGLOIS Marie-Hélène

N°ISBN : 978-2-37366-076-0

Ronéistes

MESRINE Alexandre : alexmb306@gmail.com

CHARLET DE SAUVAGE Amarante : amarante.cds@gmail.com

Présentation séance TP : Rappels dilution et dosage

Plan du cours :

I - Présentation de la verrerie de base

II - Le dosage volumétrique

III - La dilution

I. Présentation de la verrerie de base

Récipients :

On retrouve deux types de récipients destinés à opérer des réactions chimiques, l'**erlenmeyer** et le **bécher**.

- L'erlenmeyer adapté au dosage par **agitation manuelle** par sa forme conique.
- Le bécher adapté au dosage par **agitation magnétique** (on réalisera plus de dosage sous agitation manuelle par manque de matériel pour dosage sous agitation magnétique).

Instruments de mesure de volume :

Il existe aussi des instruments permettant la mesure d'un volume tel que :

- La pipette et l'éprouvette **graduée** utilisées pour la mesure d'un volume **approximatif**.
- La pipette/la fiole **jaugée** ou encore la **burette** graduée, qui permettent de mesurer eux un volume très **précis**. *Il est possible de regarder des vidéos sur formatoile et même fortement conseillé de les regarder sur l'utilisation du matériel de TP.*

On retrouve sur certaines verreries, comme les pipettes, une indication sur le volume (ex : 25 mL) accompagnée d'une **incertitude** (ex : $\pm 0,03$ mL). Ces incertitudes proviennent du matériel, et peuvent s'ajouter aux erreurs de **manipulation** produites manuellement par l'homme, ou encore aux incertitudes produites par un autre matériel. En principe, une indication sur la température y est également notée : cela signifie par exemple que la verrerie jaugée doit être utilisée à 20 degrés.

Les variétés de pipettes sont nombreuses, elles peuvent être **graduées** ou encore **jaugée**, et vont donc varier par leur précisions et leurs capacités. Dans tous les cas les pipettes jaugées sont plus précises que les pipettes graduées. En effet les pipettes jaugées sont munies de un ou deux **traits de jauge** ce qui permet de délivrer un volume précis entre ces deux traits de jauge. La pipette graduée permet donc de mesurer des volumes intermédiaires.

La **propipette** est en réalité une poire avec 3 sous papes :

- Sous pape A dans un premier temps pour chasser l'air
- Sous pape S pour prélever le liquide
- Sous pape E pour vider le liquide dans un dernier temps

Il faut faire attention et ne faut pas trop enfoncer la propipette au risque de faire sauter la bille qui se trouve dans la sous pape S.

Les **pipettes automatiques** sont des pipettes qui permettent de mesurer des volumes précis, des petits volumes souvent inférieurs à 1 mL. Elles s'utilisent avec des cônes à usage unique, et il existe deux modèles de pipettes automatiques :

- Le modèle pour mesurer un **volume fixe**
- Un modèle pour mesurer des **volumes variables** (utilisés en TP) : permet de mesurer des volumes entre 100 μ L et 1 mL

Sur formatoile on retrouve une vidéo pour bien utiliser cette pipette automatique.

II. Le dosage volumétrique

Le dosage volumétrique permet de déterminer une **concentration molaire** d'une solution que l'on aura prélevé. La concentration molaire est la molarité noté **M** ou **C** en **mol/L**. On met dans la pipette le réactif limitant tandis que dans l'erenmeyer on y met le composé que l'on appelle X. On met à profit une réaction stoechiométrique entre T et X qui doit être totale. Au niveau des réactions chimiques qui sont mises en jeu on retrouve :

- La réaction **acide/base** qui est un échange de protons
- La réaction d'**oxydoréduction** qui est un échange d'électrons
- La réaction de **complexation** qui est un échange de particule
- La réaction de **précipitation**

Dans un dosage, il faut déterminer la fin de la réaction, c'est à dire quand la réaction est **totale**. C'est à ce moment donné que l'on met en évidence le **point équivalent** ou **point de fin titrage** qu'on met en évidence par deux façons :

- Utilisation d'un **indicateur coloré** : substance chimique que l'on ajoute en petite quantité dans le milieu réactionnel qui **n'interfère pas** au niveau du dosage et qui permet d'observer un changement de coloration de ce milieu réaction au point équivalent. *Exemple d'indicateur : phénolphtaléine qui est incolore en milieu acide et qui devient rose en milieu alcalin/basique.*
- Utilisation d'un **potentiomètre** : on mesure le **pH** ou le **potentiel** du milieu réactionnel en fonction du volume de réactif versé. On utilise un bécher et un agitateur magnétique, ainsi que des électrodes qui peuvent être des **électrodes de verres** (pour les réaction acide/base) ou des **électrodes de platines** (pour les réactions d'oxydoréduction), pour ensuite retrouver des mesures en **pH** ou en **mV** qui nous permettront alors de tracer une courbe de titrage. Cette courbe de titrage présente un point d'inflexion qui correspond au **point d'équivalence**, au point de fin de réaction.

Exemple d'un dosage volumétrique acide/base :

Principe du dosage :

Lors du premier TP on pourra faire un dosage entre de l'acide chlorhydrique et de l'hydroxyde de sodium. Dans la burette on placera la solution d'hydroxyde de sodium, et on devra mesurer la solution d'acide chlorhydrique que l'on va neutraliser par l'hydroxyde de sodium.

Protocole :

Le protocole opératoire nous guide pas à pas pour effectuer l'opération :

- Prélever 10,0 mL d'HCl de molarité/concentration inconnue au moyen d'une pipette jaugée, puis l'introduire et le verser dans un erlenmeyer de 100 mL
- Ajouter 2-3 gouttes de phénolphtaléine (zone de virage)
- Remplir la burette avec la solution titrée NaOH de molarité 0,1 mol/L

- Réaliser le dosage afin de déterminer le point équivalent, c'est-à-dire lorsque l'on observera une coloration rose, puis mesurer le volume de soude versé dans l'ermeneyer pour arriver au point équivalent.

Calcul de la molarité inconnue :

Ce dosage nous permet de calculer la molarité d'acide chlorhydrique. Au point équivalent on a le nombre de mole d'acide chlorhydrique = nombre de mole d'hydroxyde de sodium. On a deux liquides donc $n = C \times V$. Comme $n_{HCl} = n_{NaOH}$ alors :

$$C_{HCl} \times V_{HCl} = C_{NaOH} \times V_{NaOH}$$

Résultats :

On pourra présenter les résultats de manière claire et avec exactitude sous forme de tableau, graphiques, schéma ou texte...

But :

Le but est de nous familiariser avec les gestes de bases, on va donc effectuer ce dosage 5 fois pour avoir un grand nombre d'échantillons, pour enfin calculer **l'écart-type** et le **coefficient de variation**. On pourra mettre les résultats sous forme de tableau, graphiques, schéma ou texte... Un manipulateur est considéré comme « qualifié » si le coefficient de variation est $< 2\%$. Dans le cas contraire on recommence.

III. La dilution

Principe :

C'est un procédé consistant à obtenir une solution finale de **concentration inférieure** à celle de départ. Elle est caractérisée par son **facteur de dilution** (= rapport concentration molaire initiale sur concentration molaire finale).

L'intérêt d'une dilution :

- Amener à **diluer** un échantillon pour pouvoir l'analyser et obtenir une réponse exploitable.
- Préparer une **gamme d'étalonnage** à partir d'une solution mère
- Préparer un **réactif titrant** de concentration molaire approprié à partir d'une solution plus concentrée.

Il faut que la préparation soit **précise**, donc on va utiliser de la verrerie de précision : pipette jaugée, automatique et fiole jaugée.

Préparation d'une gamme étalon à partir d'une solution mère :

Pendant la deuxième séance on devra préparer une gamme d'étalon à partir d'une solution mère. On préparera une gamme de permanganate de potassium (solution colorée

en violet) à partir d'une solution mère qui est concentrée. On aura à préparer deux gammes : une gamme en utilisant des pipettes jaugée et des fioles jaugées, et en parallèle une gamme en utilisant pipette automatique et fiole jaugée. On aura ensuite à mesurer **l'absorbance** de ces solutions, ainsi qu'à calculer l'équation de droite afin de vérifier si nos 4 dilutions sont correctes.

Réalisation d'une solution titrée :

Une solution titrée c'est une solution qui est préparée à une **concentration donnée** et qui est identifiée par une **étiquette normalisée**. Exemple d'un flacon d'HCl d'une solution à 1 mol/L, solution conforme à un ouvrage réglementaire qui est la **Pharmacopée Européenne**.

On peut trouver dans le **commerce** des solutions titrées prêtes à l'emploi, mais on peut également en **préparer** au laboratoire de différentes manières :

- Par dilution d'une solution **titrée** de concentration connue
- Par dilution d'une solution **commerciale** concentrée dont on connaît les caractéristiques
- À partir d'une **masse** (poudre) pesée avec précision d'un réactif pur

Vidéo de la pesée disponible sur formatiole

Une fois qu'on a réalisé la solution, il faut **vérifier la molarité** du titre au moyen d'une **substance étalon** (généralement poudre très pure) choisie en fonction de la solution tirée que l'on veut vérifier. Par exemple on peut utiliser de la poudre de trométamol avec en plus un indicateur coloré.

$$n = m / M = c \times V$$

Après que la solution tirée est été vérifiée il faut **l'étiqueter** en mentionnant le **nom** du produit, la **molarité** exacte, et la **date** de fabrication.

Nettoyage :

À la fin d'une manipulation il faut que la verrerie utilisée soit nettoyée à l'eau du robinet puis rincée à l'eau distillée. La paillasse doit être nettoyée à l'aide d'un papier imprégné de solution nettoyante et désinfectante. L'état de la paillasse comptera pour la note de TP. Les réactifs sont rangés sur la partie supérieure de la paillasse.