

TP 6: Dosages par titrage direct avec une réaction acido-basique.

CONTENUS: Contrôle de la qualité par dosage. Dosages par titrage direct. Réaction support de titrage; caractère quantitatif. Equivalence dans un titrage; repérage de l'équivalence pour un titrage pH-métrique et par un indicateur de fin de réaction.

COMPETENCES EXIGIBLES: Savoir écrire l'équation de la réaction support de titrage à partir d'un protocole expérimental. 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.

Partie 1: Une bouteille de vinaigre d'alcool blanc du commerce indique 8°

Document 1:

Le vinaigre est une solution aqueuse contenant la molécule d'acide éthanoïque (*ou acide acétique*). Le degré indiqué sur la bouteille commerciale correspond à la masse m_{AH} d'acide éthanoïque, exprimée en gramme, contenu dans 100 g de solution soit dans un volume de 100 mL en considérant que la masse volumique du vinaigre est égale à 1g.mL⁻¹. On donne la masse molaire M(CH₃COOH) = 60 g.mol⁻¹

Document 2:

Lors d'une dilution, il y a conservation de la quantité de matière ; on obtient une solution-fille S_f de de concentration molaire $\,C_f$ à partir d'une solution-mère S_m de concentration C_m tel que :

 $C_f = C_m / F$ où F représente le facteur de dilution.

Pour traduire, la conservation de la quantité de matière on écrit : $C_m \cdot V_m = C_f \cdot V_f$

On prélève le volume $V_{\mathfrak{m}}$ de la solution-mère que l'on dilue pour obtenir le volume $V_{\mathfrak{f}}$ de solution-fille.

On utilise l'une des deux relations pour choisir la verrerie adaptée à la dilution parmi :

- pipette jaugée de 5,0 mL et 10,0 mL et poire aspirante
- fiole jaugée de 50,0 mL et 100,0 mL et bouchons

Document 3 : Matériel et solutions disponibles pour le titrage

- une solution basique d'hydroxyde de sodium (ou soude) soit ($Na^{+}_{(aq)} + HO^{-}_{(aq)}$) de concentration molaire en soluté apporté $C_B = 2,0.10^{-2} \pm 0,1.10^{-2}$ mol.L⁻¹
- une burette graduée 25 mL± u (V); un agitateur magnétique; un barreau aimanté (ou turbulent)
- un bécher de 100 mL et différents autres béchers pour les manipulations
- une pipette jaugée de 20,0 mL ± 0,02 mL et poire aspirante
- d'un pH-mètre ; son électrode et un support ; deux solutions tampons de pH = 4 et pH = 7 pour étalonner le pH-mètre en suivant une notice d'utilisation
- les zones de virages de quelques indicateurs (bleu de bromothymol; hélianthine; phénolphtaléine; rouge de crésol) voir la fiche pour réaliser un choix convenable de l'indicateur coloré. Voir doc 4
- une pissette d'eau distillée à rendre remplie à la fin de la séance et à disposer à côté de l'évier.
- · une feuille de papier millimétré

nom	teinte acide	zone de virage	teinte basique
hélianthine	rouge	3,1 – 4,4	jaune
bleu de bromothymol	jaune	6,0-7,6	bleu
rouge de crésol	jaune	7,2-8,8	rouge
phénolphtaléïne	incolore	8,2-10,0	rose

CONDITION sur le choix : le pH_E à l'équivalence E doit être compris dans la zone de virage de l'indicateur coloré pour que la valeur du volume de réactif titrant versé à l'équivalence soit précise.

Document 5 : L'EQUIVALENCE notée E lors d'un titrage :

• À savoir définir : c'est l'état pour lequel le réactif titrant (versé à la burette) et le réactif titrée (prélevé) sont <u>introduits dans les proportions stœchiométriques</u> de la réaction support du titrage, dont on admettra qu'elle est quasi-totale. Ainsi pour l'équation : aA réagit avec b B pour donner(où a, et b sont des coefficients entiers ; A espèce titrée et B l'espèce titrante), on écrira à l'équivalence l'égalité des rapports : $\mathbf{n}(A)_{prelevé} / a = \mathbf{n}(B)_{versé} / b$

Remarque : pour une réaction entre un acide et une base, on écrira : $n_{Aprélevé} = n_{Bversé}$ relation qui s'écrira : $C_A * V_A = C_B * V_{BE}$ puisque les coefficients a et b sont égaux à 1 et ici on titre un acide d'où ?

- En pratique pour repérer le point d'équivalence E et donc le volume de titrant versé à l'équivalence V_E on utilise différentes techniques lors d'un titrage suivi par pH-métrie, soit :
 - la méthode des 2 tangentes parallèles à tracer avant et après le saut du pH en 2 points sur courbe

- la méthode de la courbe dérivée dpH/dV = $f(V_{titrant})$ si on dispose d'un tableur

On peut aussi n'utiliser qu'une **méthode colorimétrique**, par un choix convenable de l'indicateur coloré (voir document 4)

TRAVAIL à REALISER:

- 1. Faire un schéma légendé du titrage pH-métrique du vinaigre dilué 100 fois par de la soude.
- 2. Ecrire l'équation de la réaction acido-basique qui sert de support au titrage. Choisir au hasard un indicateur coloré, seul le résultat permettra de conclure sur la pertinence de ce choix.
- 3. Réaliser le titrage par suivi colorimétrique et pH-métrique (tracez la courbe pH = f (V_B) en direct) On versera d'abord la soude tous les 2 mL de 0 à 6 mL, puis par mL de 6 à 10 mL, puis tous les 0,5 mL de 10 à 15 mL, puis tous les mL de 15 à 19 mL, puis tous les 2 mL de 19 à 25 mL.
- 4. Exploiter une information sur la courbe du titrage ici : pH = f (V_B) et la définition de l'équivalence pour déterminer la valeur de la concentration molaire en acide éthanoïque C_{AS} dans la solution diluée, puis la valeur de la concentration molaire C_{AO} dans la solution commerciale.
- 5. En déduire la valeur expérimentale du degré du vinaigre dosé.
- 6. Déterminer le pH à l'équivalence, et commenter la pertinence du choix effectué de l'indicateur coloré.
- 7. Exprimer et calculer l'écart relatif (en %) avec la valeur indiquée par le fabricant.

ANALYSER ET CRITIQUER:

- 8. Noter les principales sources d'erreurs à ne pas faire pour effectuer un titrage correct.
- 9. Identifier les sources d'incertitudes malgré tout possibles. A TERMINER par un calcul d'incertitude.
- 10. On appelle demi-équivalence, l'état du système lorsque l'on a versé la moitié du volume de soude versé à l'équivalence. Repérer le point, noté $E_{1/2}$ de demi-équivalence sur la courbe. Noter pH_{E1/2}. Démontrer que l'on devrait retrouver comme valeur le pKa du couple acide éthanoïque / ion éthanoate.

Partie 2: L'étiquette d'un cachet d'aspirine indique « aspirine du Rhône 500 mg »

Document 1:

On dispose d'une solution de volume $V_s = 250,0$ mL obtenue par dissolution d'un cachet d'aspirine du Rhône. (protocole réalisé: on a écrasé, on a pilé à l'aide d'un pilon un cachet placé dans un mortier, on transvase le solide à l'aide d'un entonnoir dans la fiole jaugée de 250,0 mL, on rince à l'eau distillée le mortier, le pilon, on verse l'eau de rinçage dans la fiole, on complète jusqu'au trait de jauge....on obtient une solution avec des excipients peu solubles, de concentration molaire $C_{Aexpérimentale}$ en aspirine)

<u>Document 2</u>: Information sur la molécule d'acide acétylsalicylique (ou aspirine) qu'on notera AH

Masse molaire : $M = 180 \text{ g.mol}^{-1}$

Lors du titrage par suivi pH-métrique : pH = f (V_{base}) on détermine graphiquement avec la méthode dites des tangentes parallèles un pH à l'équivalence : pH_E = 7,8 ± 0,1

TRAVAIL A REALISER:

- 1. Ecrire l'équation de la réaction support du titrage. On précisera le nom de l'espèce titrée et le nom de l'espèce titrante. (Compétence analyser)
- 2. Faire un choix judicieux de l'indicateur coloré qui sera choisi ? Que se passe-t-il à l'équivalence ?
- 3. Indiquer pourquoi il faut verser la solution titrante goutte à goutte à proximité de l'équivalence ?
- 4. Réaliser le titrage colorimétrique en présence de l'indicateur choisi. Que se passe-t-il au point E?
- 5. Noter la valeur du volume de soude versé à l'équivalence : V_{BE} =mL
- 6. Exploiter le résultat du titrage ici colorimétrique, pour déterminer la concentration molaire en acide C_{Aexpérimentale} dans la solution préparée *par vous ou par le technicien au laboratoire*.
- 7. En déduire la valeur expérimentale d'aspirine dans le cachet soit $m_{AH \exp}$ en g et mg dans le cachet.
- 8. Évaluer l'écart relatif avec la valeur indiquée par le fabricant soit 500 mg :

ANALYSER ET CRITIQUER

- 9. Identifier les principales sources d'erreurs possibles lors de l'ensemble des opérations effectuées.
- 10. TERMINER par un calcul d'incertitude sur la valeur de masse.

Rendre la verrerie rincée et rangée (sauf la burette), remplir la pissette, vider la poubelle.