

Jérôme GIRARD

Agrégation de physique

DOSAGES (Lycée) n°6

Pré-requis : écriture des réactions chimiques, notion de réaction totale, proportions stœchiométriques, acido-basicité et oxydo-réduction. Méthodes physiques (conducti, pH-métrie, spectro)

Plan

Introduction : intérêt de faire des dosages : contrôle qualité

2 parties : une par type de dosage par méthode

1- Dosage par titrage (direct si on reste au niveau des lycées généraux)

2- Dosage par étalonnage

Conclusion : différences entre ce qu'on vient de montrer en TP et les contrôles qualité des laboratoires d'analyse (automatisation des dosages (utilisation de burettes automatiques par exemple) grâce à l'informatique en vue d'un traitement statistique d'un grand nombre de résultats).

Faire deux dosages : choisir deux types de produits différents (voir la liste), deux méthodes différentes et un dosage par titrage et un par étalonnage.

Description d'un dosage :

1- Espèce à doser

2- Choix de la méthode (simple à mettre en œuvre en TP, automatisation possible et cout pas trop élevé dans les laboratoires d'analyse), écriture de la réaction si titrage et caractéristiques de cette réaction : totale, rapide et unique.

3- Calcul préparatoire (compte tenu de l'ordre de grandeur de C) pour prévoir la concentration de la solution titrante et les dilutions à réaliser. Choix de l'éventuel indicateur coloré (utilisation de ChimGéné).

4- Préparation de l'échantillon à doser (élimination d'éventuelles espèces parasites, mise en solution, dilution...).

5- Matériel (verrerie et appareils de mesures) et solutions à utiliser : préparation du matériel (nettoyage et séchages éventuels), appareils de mesure (à étalonner ou pas), solutions (obtenues à partir d'un solide ou par dilution et à doser si ce ne sont pas des étalons primaires).

6- Réalisation de l'expérience : précautions à prendre (agiter pour homogénéiser, resserrer les ajouts près de l'équivalence...).

7- Gestion des déchets et du matériel en fin d'expérience.

8- Tracer de la courbe de dosage (si suivi par une méthode physique) et détermination du volume équivalent (dérivée ou méthode des tangentes si dosage pH-métrie ou potentiométrique, intersection de deux droites si dosage conductimétrie).

9- Résultats et calculs (à partir d'une formule littérale) $C = \dots \text{mol.L}^{-1}$.

10- Incertitudes par la méthode B (formule de l'incertitude établie à partir de la formule littérale). Pour mettre en œuvre l'analyse statistique (méthode A), il faudrait faire un grand nombre d'essais.

11- Résultat sous la forme $C = (\dots \pm \dots) \text{mol.L}^{-1}$ et comparaison avec la valeur attendue : c'est la valeur de référence donnée sur l'étiquette du produit étudié ou trouvée dans la littérature (si la valeur trouvée diffère beaucoup de la valeur attendue, on peut invoquer l'évolution éventuelle de la concentration au cours du temps).

Remarque : on ne connaît pas la valeur vraie car le mesurage n'est jamais parfait

12- Amélioration éventuelle de la manipulation pour limiter les incertitudes (modification du mode opératoire ou changement de méthode).

Vocabulaire à connaître... et à utiliser !

Un dosage est réalisé dans des conditions de **répétabilité** s'il est réalisé plusieurs fois sur le même échantillon, le même jour, dans le même lieu (même laboratoire), par le même expérimentateur en suivant le même protocole, avec le même matériel.

Un dosage est réalisé dans des conditions de **reproductibilité** s'il est réalisé plusieurs fois, en suivant le même protocole, dans des laboratoires différents (et donc des opérateurs et du matériel différents).

Il existe trois types d'erreurs de mesure :

Erreur grossière due à une mauvaise utilisation du matériel (un manipulateur compétent doit pouvoir la détecter et éliminer la mesure correspondante).

Erreur systématique : dans des mesurages répétés, elle demeure constante ou varie de façon prévisible, par exemple une imperfection de l'étalonnage (la valeur correspondant à l'estimation de l'erreur systématique s'appelle le biais).

Erreur aléatoire : dans des mesurages répétés, elle varie de manière aléatoire. Un appareil qui donne des mesures associées à de petites erreurs aléatoires est dit **fidèle**.

Un grand nombre de mesures limite l'impact des erreurs aléatoires sur la valeur moyenne de ces mesures.

Résolution : plus petite variation de la grandeur mesurée qui produit une variation de l'indication délivrée par l'appareil de mesure.

Sensibilité : Un appareil est sensible si une petite variation de la grandeur mesurée produit une grande variation de l'indication délivrée par l'appareil.

Espèces à doser (nom du produit contenant l'espèce et type de réaction)

1- Produits ménagers

ClO^- (eau de javel, redox indirect)

HO^- (Destop, AB (pH, conducti ou IC))

2- Produits alimentaires

CH_3COOH (vinaigre, AB)

Acide Citrique (citron, AB)

H_3PO_4 (coca cola, AB)

Ca^{2+} et Mg^{2+} (eau minérale, dosage complexométrique par l'EDTA)

Cl^- (eau minérale, dosage de Mohr ou conductimétrique (précipitation))

HCO_3^- (eau minérale, AB)

SO_2 (vin, redox)

3- Médicaments

Acide acétylsalicylique (comprimé d'aspirine, AB direct ou indirect)

Acide ascorbique + ion ascorbate (comprimé de vitascorbol 500, AB + redox indirect)

Glucose (Adiaryl, redox)

MnO_4^- (Dakin, spectro)

ClO^- (Dakin, redox indirect)

Cl^- (sérum physiologique, conductimétrie (dosage ou étalonnage) ou dosage de Mohr (précipitation))