

TP1 - Degré acétique d'un vinaigre

Le vinaigre est une solution aqueuse à faible teneur d'acide acétique CH_3COOH . Il provient de la fermentation acétique, c'est-à-dire l'oxydation de l'éthanol (du vin par exemple) en présence du dioxygène de l'air.

Le degré d'acidité ou **degré acétique** représente la fraction massique d'acide contenu dans la solution. Il est généralement compris entre 5 et 8 % lorsqu'il est destiné à la consommation, mais peut aller jusqu'à 12 % pour un vinaigre blanc ménager.

Votre mission

Réaliser un contrôle-qualité du vinaigre qui vous est fourni en déterminant son degré acétique. L'objectif est de vérifier la conformité de ce qui est annoncé sur l'étiquette en prenant en compte toutes les sources d'erreur.

1 Préparation et stratégie

1.1 Methodes de détection de l'équivalence et essais à réaliser

Le dosage sera réalisé par titrage acido-basique avec **deux méthodes différentes** de détection de l'équivalence :

- Utilisation d'un indicateur coloré (volumétrie). *2 essais à réaliser*
- Suivi pH-métrique. *1 essai à réaliser*

On effectuera également deux répétitions de la première méthode, suivies d'une étude de compatibilité entre ces deux répétitions. Dans ce cas on parle de **répétabilité**. On comparera ensuite les résultats des différents groupes. Dans ce cas on parle de **reproductibilité**.

1.2 Préparation de la solution à titrer

Le vinaigre commercial ne sera pas dosé directement. Pour l'ensemble des dosages à effectuer par le groupe on préparera 100 mL d'une solution de vinaigre d'alcool dilué 10 fois. Cette solution sera appelée **solution (S)**. La concentration molaire en acide acétique du vinaigre est appelé c_2 . La concentration de la solution (S) est appelée $c_{2,d}$.

1.3 Solution titrante

La même solution titrante sera utilisée pour tous les dosages. Il s'agit d'une solution d'hydroxyde de sodium de concentration c_1 (environ $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$). Cette solution aura préalablement été étalonnée au laboratoire (vous n'avez pas à le faire) et la concentration exacte vous sera donnée au cours de la séance.

2 Protocole de titrage volumétrique

- Prélever une prise d'essai de volume $E_2 = 10\text{mL}$ de solution de solution à titrer et l'introduire dans un erlenmeyer.
- Introduire un barreau aimanté et placer sur agitateur magnétique.
- Introduire deux gouttes d'indicateur coloré (à choisir).
- Doser cette prise d'essai par la solution titrante.
- Deux essais seront réalisés et seront notés $c_{2,d1}$ et $c_{2,d2}$.
- L'écart type de compatibilité vaut $s_r = 0.0005 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. L'incertitude absolue liée à cette méthode vaut $U=0,12 \%$.

3 Protocole de titrage pH-métrique

- Prélever une prise d'essai de volume $E_2 = 10\text{mL}$ de solution de solution à titrer et l'introduire dans un erlenmeyer.
- Introduire un barreau aimanté et placer sur agitateur magnétique.
- Introduire la sonde de pH dans la solution à titrer. Ajouter de l'eau déminéralisée si nécessaire.
- Doser cette prise d'essai par la solution titrante.
- Un essai sera réalisé et sera noté $c_{2,d3}$.
- L'écart type de compatibilité vaut $s_r = 0.0005 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. L'incertitude absolue liée à cette méthode vaut $U=0,12 \%$.

4 Analyse des résultats

A partir des QR codes dans la documentation, vous pouvez saisir vos résultats et accéder aux résultats de l'ensemble du groupe.

Vous les utiliserez pour produire votre analyse.

Votre mission

- Evaluer la répétabilité de vos propres mesures (vous ne serez pas pénalisés en cas de non compatibilité).
- Comparer la justesse des deux méthodes.
- Comparer la fidélité des deux méthodes.
- Indiquer les sources de variabilité des résultats.
- Donner une conclusion claire sur la conformité du vinaigre commercial.

5 Documentation

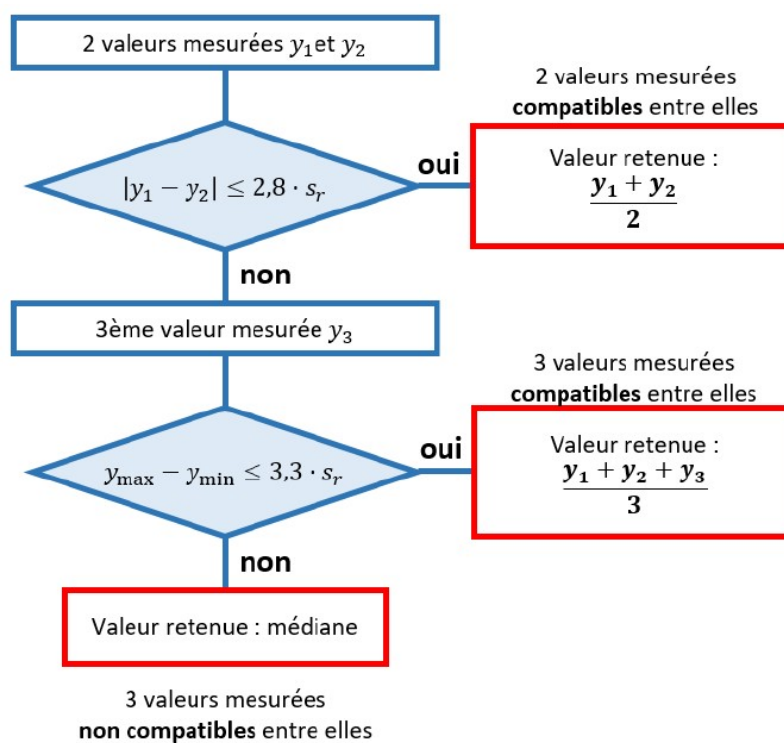
5.1 Données utiles et notations sur les réactifs

Solution / Réactif	Concentration	Données
Hydroxyde de sodium	$c_1 \approx 0,1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$	Volumes équivalents $V_{eq,1}$ et $V_{eq,2}$ (volumétrie); $V_{eq,3}$ (pH-métrie)
Vinaigre commercial	c_2 à déterminer	M (acide acétique) = $60 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$; $\rho_{\text{vinaigre}} = 1,02 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$
Solution (S), vinaigre dilué	$c_{2,d}$ à déterminer	Prise d'essai E_2

5.2 Zones de virage d'indicateurs colorés

- Bleu de bromothymol : 6,0 - 7,6
- Rouge de méthyle : 4,2 - 6,2
- Phénolphtaléine : 8,0 - 9,9

5.3 Logigramme de compatibilité (selon la norme NF ISO 5725-6 : 1994)



5.4 Saisie et accès aux résultats



(a) Saisie de vos résultats



(b) Accès à tous les résultats

5.5 Ecart-type et incertitude

L'**écart-type théorique**, noté σ , est une mesure de la dispersion des valeurs dans une population statistique (ensemble de données aléatoires). Plus σ est petit, plus les données sont proches de la moyenne. Plus σ est grand, plus elles sont dispersées.

L'**écart-type expérimental**, noté s , estime la dispersion observée dans une série de mesures réalisées en pratique, lorsqu'on connaît *quelques* valeurs et non *toutes* les valeurs de la population. Il dépend donc des résultats expérimentaux, et varie d'un échantillon à l'autre.

L'**incertitude-type**, notée u , est la mesure de la dispersion probable d'un résultat de mesure. Elle correspond à l'écart-type s associé à cette mesure.

L'**incertitude absolue** ou **incertitude élargie**, notée U , permet d'obtenir un intervalle dans lequel on a une chance de trouver la **valeur vraie** (notion théorique!) avec une certaine probabilité appelée **niveau de confiance**. Selon la loi de probabilité et le niveau de confiance voulu (souvent 95 %) on obtient U par élargissement de u à l'aide d'un facteur d'élargissement k (Pour une loi normale et un niveau de confiance de 95 % $k=2$) :

$$U = k \cdot u$$

5.6 Justesse et fidélité d'une méthode

haute fidélité
basse justessehaute justesse
basse fidélité

haute exactitude