TP5 – Dosage par étalonnage

Dosage du Dakin® – Loi de Beer-Lambert

Problématique : Comment **réaliser un contrôle qualité via un dosage par étalonnage** ?

Compétences expérimentales au programme :

Mesures de grandeurs physique en chimie : Volume, absorbance.	Sélectionner et utiliser le matériel adapté à la précision requise. Préparer une solution en quantité de matière donnée avec le matériel approprié. Étalonner une chaîne de mesure si nécessaire.
Incertitude. Incertitude-type. Incertitudes-types composées.	Identifier les incertitudes liées, par exemple, à l'opérateur, à l'environnement, aux instruments ou à la méthode de mesure. Procéder à l'évaluation de type B d'une incertitude-type. Evaluer l'incertitude-type d'une grandeur s'exprimant en fonction d'autres grandeurs, dont les incertitudes-types sont connues.
Comparaison de deux valeurs ; écart normalisé.	Comparer deux valeurs dont les incertitudes-types sont connues a l'aide de leur écart normalisé.
Régression linéaire.	Utiliser un logiciel de régression linéaire afin d'obtenir les valeurs des paramètres du modèle. Analyser les résultats obtenus a l'aide d'une procédure de validation : analyse graphique intégrant les barres d'incertitude. Capacité numérique : simuler un processus aléatoire de variation des valeurs expérimentales des grandeurs – simulation Monte-Carlo – pour évaluer l'incertitude sur les paramètres du modèle.

Objectifs :

1. Doser les ions permanganate de la solution de Dakin®, c'est-à-dire déterminer leur concentration dans la solution.
2. Vérifier la cohérence avec l'étiquette du Dakin®.

A faire pour la séance de TP :

Lire entièrement le sujet et répondre aux questions ✎.

Revoir § D.1. « Spectrophotométrie » du chapitre « Révisions de chimie de 1e année » + Ct de TP « Incertitudes » + § A « Monte Carlo » du TP3.

NB : Données rassemblées p.4.

A) Elaboration d'un protocole expérimental

1) Présentation

L'eau de Dakin® est une solution antiseptique utilisée pour le lavage des plaies et des muqueuses. Il s'agit d'une solution d'hypochlorite de sodium dans laquelle on a dissout du permanganate de potassium. Parmi toutes ces espèces chimiques, seuls les ions permanganate MnO_4^- sont colorés et donnent à la solution cette teinte violette, assimilable au magenta.

Le but de ce TP est de déterminer la concentration en ions permanganate via un dosage par étalonnage en exploitant la loi de Beer-Lambert pour l'absorbance.

Pour une longueur d'onde λ fixée et pour des solutions diluées d'espèce colorée X, on a une relation de proportionnalité entre l'absorbance et la concentration de l'espèce, c'est la **loi de BEER – LAMBERT** :

$$\boldsymbol{a(\lambda) = \varepsilon(\lambda) \cdot l \cdot [X]}$$

✎➲1. Rappeler ce que représentent les grandeurs notées $\varepsilon(\lambda)$ et l. Donner les unités usuelles de toutes les grandeurs qui interviennent dans la loi de Beer-Lambert.

2) Matériel

- 1 spectrophotomètre + cuves



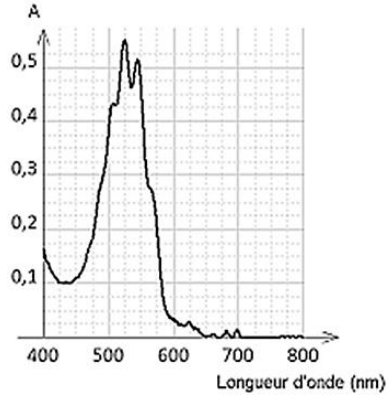
💣 **Vous placerez les cuves dans le « bon » sens : le faisceau lumineux doit traverser la face de la cuve où une flèche est dessinée.**

- 1 fiole jaugée de 50 mL
- pipettes jaugées de 5 mL, 10 mL, 20 mL et 25 mL + propipette
- 6 tubes à essai sur un support
- béchers de prélèvement
- pipettes pasteur plastique
- 1 solution mère S_0 de permanganate de potassium à $c_m = (2{,}00 \pm 0{,}02).10^{-4}\ mol.L^{-1}$
  à partir de laquelle, on réalisera une échelle de teinte i.e. que l'on préparera des solutions filles i de concentrations $c_{fi} < c_m$, cf § B.1.
- Dakin®

3) Spectre d'absorbance

✋ Faire le « blanc » en insérant une cuve contenant le solvant seul (ici de l'eau distillée) dans le spectrophotomètre. Avec une autre cuve contenant la solution mère S_0 de permanganate de potassium, réaliser son spectre d'absorbance. Vous devez obtenir un spectre comparable au graphique ci-contre.

➲ 2. Relever la valeur de λ_m, la longueur d'onde correspondant au maximum d'absorbance. Que peut-on dire de cette valeur ?



Dans la suite, on mesurera l'absorbance de solutions de permanganate de potassium à la longueur d'onde λ_m.

4) Protocole

✎➲ 3. Avec le matériel disponible et en s'appuyant sur la loi de Beer-Lambert, décrire un protocole expérimental permettant de doser la solution de Dakin®.

B) Mise en œuvre du dosage

1) Réalisation de l'échelle de teinte

A partir d'une solution mère contenant l'espèce X à la concentration c_m, on souhaite préparer un volume V_f d'une solution fille à la concentration c_f (avec $c_f < c_m$).

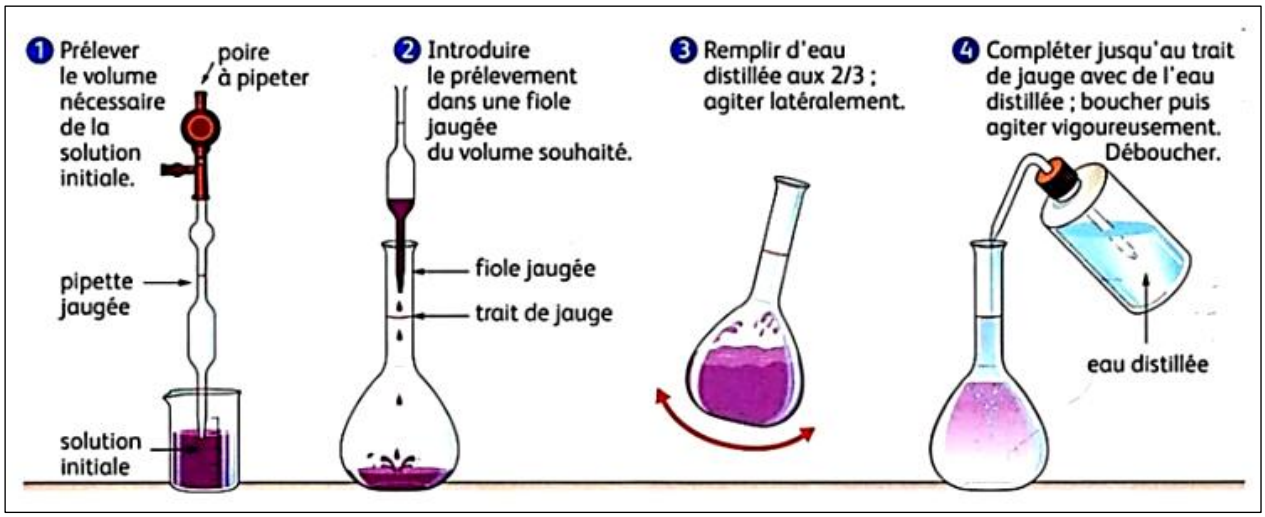
✎➲ 4. On note V_m le volume de solution mère à prélever pour préparer la solution fille. Par un bilan de matière, exprimer V_m en fonction de c_m, c_f et V_f.

Rq : on peut introduire le facteur de dilution $F_d = \frac{c_m}{c_f}$.

✎➲ 5. Compléter le tableau ci-dessous afin de préparer $V_f = 50\ mL$ de chacune des solutions filles.

Solution	S_{f1}	S_{f2}	S_{f3}	S_{f4}	Solution mère
Concentration molaire (mol.L^{-1})	$0{,}20.10^{-4}$	$0{,}40.10^{-4}$	$0{,}80.10^{-4}$	$1{,}0.10^{-4}$	$2{,}0.10^{-4}$
Volume de solution mère à prélever					

Mode opératoire pour une dilution :



✋ Réaliser successivement ces solutions en commençant par la solution la moins concentrée.

✋ Avec chaque solution fille, remplir la moitié d'un tube à essai et remplir au ¾ une cuve du spectrophotomètre.

✋ Remplir la moitié d'un tube à essai avec le Dakin®.

➲ 6. A l'aide de l'échelle de teinte ainsi réalisée, donner un encadrement de la concentration en ions permanganate du Dakin®. Commenter.

2) Mesures d'absorbance

Mode opératoire pour la mesure de l'absorbance des solutions :

- Choisir la longueur d'onde pour laquelle l'absorbance sera mesurée, cf § A.3.
- Faire le « blanc » en insérant une cuve contenant le solvant seul (ici de l'eau) dans le spectrophotomètre.
- Insérer la cuve contenant la solution à étudier dans le spectrophotomètre et relever la valeur de l'absorbance mesurée.

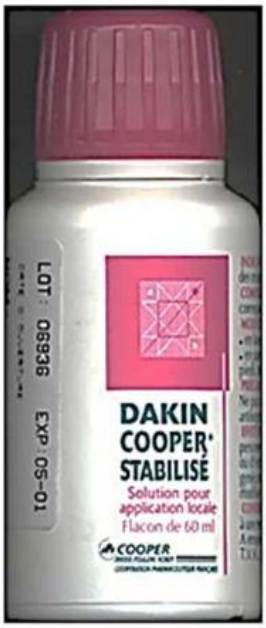
✋ Mettre en œuvre le protocole de dosage par étalonnage du Dakin®, vous rassemblerez vos mesures dans deux listes sous Python.

➲ 7. Exploiter les mesures pour en déduire la valeur de la concentration en ions permanganate du Dakin®. Commenter.

➲ 8. Déterminer l'incertitude-type sur cette concentration.

➲ 9. En calculant l'écart normalisé (Z-score), indiquer si la valeur de la concentration en ions permanganate du Dakin® déterminée expérimentalement est en accord avec la valeur indiquée sur l'étiquette.

🗎 DOC : Extrait de la notice du flacon de Dakin®



SOLUTE DE DAKIN STABILISE COOPER

COMPOSITION

Principes actifs

Hypochlorite de sodium .....0,500 g de chlore actif pour 100 mL

Principes non actifs

Permanganate de Potassium .....0,0010g pour 100 mL
Dihydrogénophosphate de sodium dihydraté .....Excipient
Eau purifiée.....Excipient

MODE D'EMPLOI

Posologie habituelle : en application cutanée sans dilution, soit en lavages, en bains locaux ou en irrigation, soit en compresses imbibées ou en pansements humides.

Les flacons doivent être conservés fermés dans des endroits frais et à l'abri de la lumière. Une fois ouvert, la stabilité du soluté est réduite à deux mois.

Donnée : Masse molaire du permanganate de potassium : $M(KMnO_4) = 158{,}0\ g.mol^{-1}$.