

TP5 : Techniques de base en chimie expérimentale (1/3)

CAPACITÉS EXPÉRIMENTALES TRAVAILLÉES :

- ▷ Réaliser des dosages par étalonnage : déterminer une concentration en construisant et en utilisant une courbe d'étalonnage.
- ▷ Mesurer un volume, une masse : sélectionner et utiliser le matériel adapté à la précision requise. Utiliser une balance.
- ▷ Préparer une solution de concentration en masse donnée à partir d'un solide avec le matériel approprié.
- ▷ Utiliser les méthodes et le matériel adéquats pour transférer l'intégralité du solide ou du liquide pesé.

CAPACITÉ NUMÉRIQUE TRAVAILLÉE :

- ▷ Utiliser les fonctions de base de la bibliothèque matplotlib pour représenter un nuage de points. Utiliser la fonction polyfit de la bibliothèque numpy pour exploiter des données.

MATÉRIEL :

Ampoule à décanter avec bouchon et support, papier filtre, entonnoir en verre, solution verte (solution aqueuse de diiode et de sulfate de cuivre), cyclohexane, acétone, pissette d'eau distillée, deux béchers de 50 mL ; balance de précision (1/100 g), coupelle de pesée, spatule métallique, saccharose en poudre, entonnoir en plastique, fiole jaugée de 50 mL avec bouchon, bécher de 50 mL, micropipette en plastique.

Au bureau : jus de pomme dans sa bouteille avec étiquette, fiole jaugée de 50 mL avec bouchon, bécher de 50 mL, micropipette en plastique.

Le but de cette séance est de mettre en pratique deux techniques expérimentales très courantes en laboratoire : l'**extraction liquide-liquide** et la **dissolution**.

1 Choix d'un solvant pour une extraction liquide-liquide

Des élèves de seconde ont mélangé (par mégarde ?) une solution aqueuse de diiode et une solution aqueuse de sulfate de cuivre. Le mélange a été recueilli et baptisé "solution verte" en raison de sa couleur. On souhaite séparer le sulfate de cuivre et le diiode en procédant à une **extraction liquide-liquide**.

Le protocole général d'une extraction liquide-liquide est donné ci-dessous :

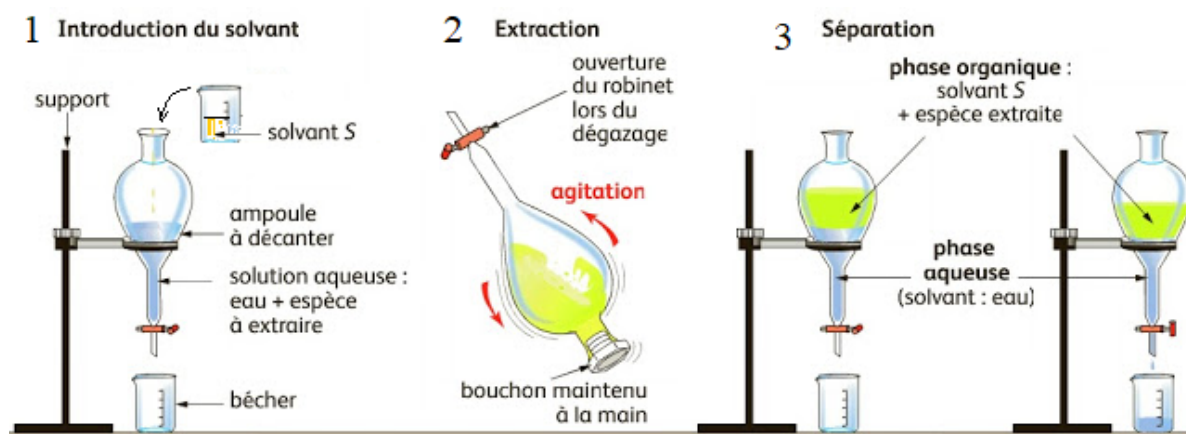


Schéma du protocole d'extraction liquide-liquide

Dans l'étape 1 : On pose l'ampoule à décanter sur son support, on vérifie que le robinet est bien fermé et on place un bécher en-dessous. On verse la solution, qui contient plusieurs solutés dont celui qu'on souhaite extraire, dans l'ampoule à décanter. On y verse ensuite le solvant extracteur S, et on bouche l'ampoule. On observe deux phases distinctes.

Dans l'étape 2 : On retire l'ampoule à décanter de son support, on la bouche et on l'agite vigoureusement à l'envers, le pouce bien appuyé sur le bouchon pour éviter qu'il ne tombe, en dégazant de temps en temps par ouverture du robinet. Cette opération permet d'éviter des problèmes dus à la pression du gaz dans l'ampoule lors de certains mélanges. Une des espèces chimiques initialement dissoutes dans l'eau se retrouve alors dans le solvant S, dans lequel elle est beaucoup plus soluble.

Dans l'étape 3 : On pose à nouveau l'ampoule à décanter sur le support, et on enlève le bouchon. On laisse **décanter** le mélange. On observe la séparation de deux phases : l'une qui contient l'espèce extraite dans le solvant S, l'autre qui contient toujours les mêmes espèces, à l'exception de celle qui a été extraite par le solvant. On ouvre alors doucement le robinet pour faire s'écouler la phase du dessous dans un bécher. On récupère ensuite la deuxième phase dans un autre bécher.

Les critères qui président au choix du solvant extracteur sont les suivants :

- ▷ il ne doit pas être miscible avec l'autre solvant ;
- ▷ l'espèce à extraire doit être aussi soluble que possible dans le solvant extracteur ;
- ▷ les espèces parasites, que l'on ne souhaite pas extraire, doivent être aussi peu solubles que possible dans le solvant extracteur ;
- ▷ l'impact sanitaire et environnemental du solvant extracteur doit être aussi faible que possible.

Données :

Solvant	Eau	Cyclohexane	Acétone
solubilité du diiode	330 mg/L	2,7 g/L	> 10 g/L
solubilité du sulfate de cuivre (II)	300 g/L	nulle	nulle
densité	1,00	0,78	0,78
miscibilité avec l'eau	totale	aucune	totale
pictogrammes de danger	aucun		

Q1. Écrire l'équation de la dissolution dans l'eau du diiode $I_{2(s)}$ (solide moléculaire), puis celle du sulfate de cuivre $CuSO_{4(s)}$ (solide ionique formé d'ions Cu^{2+} et SO_4^{2-}).

Q2. Choisir le solvant extracteur le plus approprié, en justifiant. Appeler l'enseignant pour validation.

Q3. Mettre en œuvre le protocole d'extraction, puis appeler l'enseignant quand les deux phases sont séparées dans deux béchers.

Q4. Expliquer comment on pourrait récupérer uniquement l'espèce chimique extraite (le soluté), sans qu'elle ne soit en solution.

Q5. Pour chaque étape du protocole, préciser, en justifiant, les espèces chimiques présentes dans chacune des phases dans l'ampoule à décanter, puis dans les béchers.

Q6. Justifier qualitativement les solubilités et miscibilités données dans le tableau, sachant que le cyclohexane est apolaire et l'acétone polaire.

2 Dosage du sucre dans un jus de pomme

La législation européenne impose des normes strictes aux producteurs alimentaires. La dose de chaque espèce chimique doit être comprise dans un intervalle donné, qui garantit que le produit ne comporte pas de risque pour la santé lorsqu'il est consommé en quantité raisonnable.

Par ailleurs, le producteur est dans l'obligation de mentionner un certain nombre d'informations sur l'étiquette de façon explicite.

Afin de vérifier la conformité à la législation, des contrôles de qualité sont effectués régulièrement, en interne et par des intervenants externes, sur des lots de produits destinés à la vente. Lors de ces contrôles de qualité, on vérifie qu'une mesure effectuée est en accord avec la valeur indiquée sur l'étiquette, qui joue le rôle de valeur de référence.



Nous allons procéder à un contrôle de qualité sur un jus de pomme.

PROBLÉMATIQUE :

La concentration en masse de sucre dans le jus de pomme est-elle conforme aux indications données sur l'étiquette ?

La concentration en masse de soluté dans une solution qu'on n'a pas produite soi-même n'est pas directement accessible à la mesure. Pour la déterminer, plusieurs méthodes existent, dont celle du **dosage par étalonnage**.

Le principe d'un dosage par étalonnage est rappelé ci-dessous.

Étape 1 : on produit plusieurs solutions de concentrations en masse de soluté C_m connues, par exemple par dissolution. Ces solutions forment la **gamme étalon**.

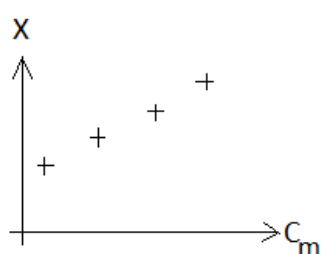
Étape 2 : pour chacune de ces solutions, on mesure une grandeur X et on remplit un tableau de valeurs avec C_m et X .

Étape 3 : on représente graphiquement les données expérimentales, avec X en ordonnée et C_m en abscisse.

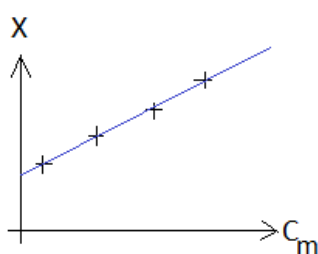
Étape 4 : on modélise le nuage de points obtenu par une **courbe d'étalonnage**.

Étape 5 : on mesure X pour la solution testée, et on cherche son antécédent en utilisant la courbe d'étalonnage pour remonter à la concentration en masse C_m de la solution testée.

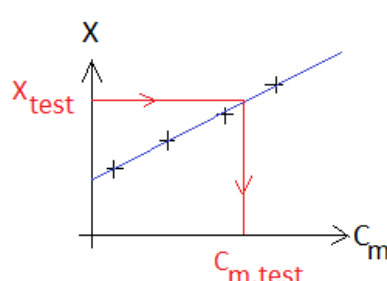
Les trois dernières étapes sont illustrées ci-dessous sur un exemple fictif :



Etape 3: représentation graphique des données

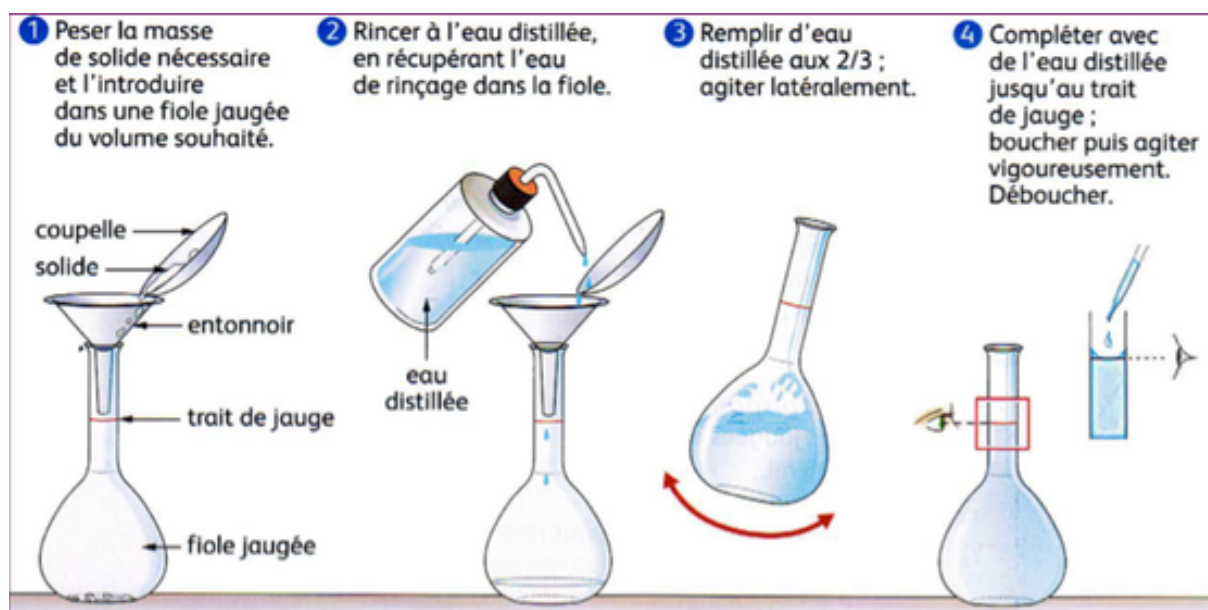


Etape 4: modélisation des données par une courbe simple (ici une droite associée à une fonction affine)



Etape 5: détermination la concentration en masse inconnue à partir de la mesure de X et de la courbe d'étalonnage

Schéma des principales étapes de la dissolution



Q7. Au brouillon, élaborer une stratégie permettant de répondre à la problématique avec le matériel disponible sur votre paillasse et la bouteille de jus de pomme qui se trouve sur le bureau de l'enseignant. Après validation de cette stratégie par l'enseignant, la mettre en œuvre et analyser vos résultats pour conclure.

Dans le compte rendu, vous expliquerez soigneusement votre démarche, vous noterez vos résultats et les exploiterez de manière aussi claire que possible.

Lors de la mise en œuvre du protocole, vous serez amené(e) à effectuer une ou plusieurs dissolutions. Chaque membre du groupe manipulera et sera évalué par l'(es) autre(s) membre(s) du groupe suivant les critères rappelés en annexe. La grille d'évaluation complétée est à rendre avec le compte rendu.

Q8. En cas d'utilisation du code Python fourni en annexe, faire valider votre code complétés et vos résultats par l'enseignant.

3 Annexe

3.1 Critères d'évaluation d'une dissolution

validé	non validé	critères de réussite
Pesée du soluté		
		Coupelle de pesée posée sur la balance et tare effectuée
		Poudre prélevée à la spatule
		Pot refermé
		Soin du prélèvement : pas de poudre renversée
		Précision du prélèvement: masse pesée égale à la masse calculée
		Un éventuel excédent de poudre n'est pas remis dans le pot mais éliminé
Transvasement du soluté dans la fiole jaugée		
		Utilisation d'un entonnoir propre et sec, suffisamment large
		Rinçage de la coupelle et de l'entonnoir avec le solvant et récupération du solvant dans la fiole jaugée
Remplissage de la fiole jaugée		
		Ajout modéré d'eau distillée avec la pissette et agitation pour dissoudre complètement le soluté
		Ajout d'eau distillée avec la pissette en s'arrêtant avant le trait de jauge puis avec la pipette plastique pour ajuster précisément.
		Utilisation d'un bécher de transvasement pour l'eau distillée pour le prélèvement à la pipette.
		Œil positionné au niveau du trait de jauge.
		Bas du ménisque au niveau du trait de jauge.
		Fiole jaugée bouchée.
		Fiole agitée en la retournant plusieurs fois.

3.2 Instructions en langage Python

3.2.1 Représentation graphique avec Python

Le programme ci-dessous permet de tracer des graphiques mais est incomplet, des instructions sont à ajouter au niveau des pointillés.

```
import matplotlib.pyplot as plt # importe une librairie d'instructions pour tracer des graphiques sous l'alias plt
```

```
X = .....# Liste contenant les valeurs de la grandeur x en abscisse
```

```
Y = .....# Liste contenant les valeurs de la grandeur y en ordonnée
```

```
plt.plot(X,Y,'r+',label='Y(X)') # prépare le tracé de Y en fonction de X, les données seront représentées par des croix verticales de couleur rouge, la légende affichée sur le graphique sera Y(X)
```

```
plt.legend() # affiche la légende sur le graphique
```

```
plt.xlabel(".....") # le texte entre les guillemets est le nom de l'axe des abscisses
```

```
plt.ylabel(".....") # le texte entre les guillemets est le nom de l'axe des ordonnées
```

```
plt.axis([.....,.....,.....,.....]) # permet de choisir les bornes inférieure, puis supérieure, des intervalles sur lesquels on représente les grandeurs en abscisse et en ordonnée, dans cet ordre
```

```
plt.title(".....") # le texte entre les guillemets est le titre du graphique
```

```
plt.grid() # permet d'afficher un quadrillage
```

```
plt.show() # affiche le graphique
```

3.2.2 Régression linéaire avec Python

Pour effectuer une **régression linéaire**, autrement dit trouver les coefficients a et b de la droite d'équation $y = ax + b$ qui représente modélise au mieux des données, on utilise les lignes de code suivantes :

```
import numpy as np # importation de la librairie qui contient la fonction polyfit
```

```
X = .....# liste de valeurs de x
```

```
Y = .....# liste de valeurs de y
```

```
Z = np.polyfit(X, Y, 1) # Z est un tableau de valeurs qui contient, dans cet ordre, les coefficients  $a$  et  $b$ . Le 1 signifie qu'on modélise les données par un polynôme d'ordre 1, autrement dit une fonction affine
```

```
print(Z) # affiche les coefficients  $a$  et  $b$ 
```