TP7 : Techniques de base en chimie expérimentale (3/3)

CAPACITÉS EXPÉRIMENTALES TRAVAILLÉES :

▷ *Préparer une solution de concentration en quantité de matière donnée à partir d'une solution de composition connue avec le matériel approprié.*

▷ *Réaliser un dosage par titrage direct.*

▷ *Exploiter la réaction support d'un titrage unique (recenser les espèces présentes dans le milieu au cours du titrage, repérer l'équivalence, justifier qualitativement le changement de couleur observé).*

▷ *Justifier le protocole d'un titrage à l'aide de données.*

▷ *Utiliser un indicateur coloré de fin de titrage.*

MATÉRIEL :

Burette graduée sur support, erlenmeyer, agitateur magnétique et barreau aimanté, verre à pied, pipette jaugée 10 mL, pipette graduée 10 mL, fiole jaugée 100 mL, bécher 50 mL, micropipette en plastique, solution aqueuse de thiosulfate de sodium à $5,0 \times 10^{-3}$mol·L^{-1}, bétadine (ou solution aqueuse de diiode à $4,1 \times 10^{-2}$mol·L^{-1}, thiodène (empois d'amidon), eau distillée.

Le but de cette séance de travaux pratiques est de se familiariser avec une méthode chimique permettant de doser une solution : le **titrage colorimétrique**.

Le contexte dans lequel nous allons mettre en œuvre cette technique expérimentale est le suivant : la bétadine est une solution antiseptique vendue en pharmacie. Sur l'étiquette du flacon est précisé : Bétadine 10% : Polyvidone iodée : 10 g pour 100 mL.

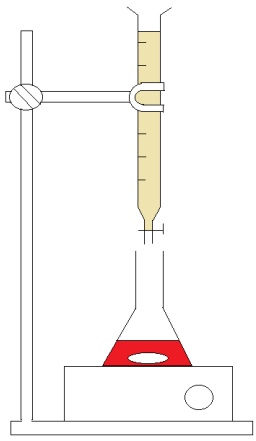
La polyvidone iodée est un complexe formé à partir d'une molécule de polyvidone et d'une molécule de diiode.

PROBLÉMATIQUE :

Le pourcentage de polyvidone iodée indiqué par le fabricant sur l'étiquette de la bétadine est-il correct ?

1 Protocole expérimental

Le montage à mettre en place pour effectuer un titrage colorimétrique est schématisé ci-dessous.



La **burette graduée** est suspendue par un dispositif qui contient une potence, une noix et une pince. On vide dans un verre à pied l'eau distillée initialement contenue dans la burette graduée en ouvrant le robinet de cette dernière.

On rince ensuite la burette avec une solution de thiosulfate de sodium de concentration $\mathrm{C_2} = 5,0 \times 10^{-3} \mathrm{mol \cdot L^{-1}}$, qui jouera le rôle de **solution titrante** (celle qui va permettre de déterminer la concentration en polyvidone iodée inconnue de la bétadine).

On ferme le robinet, puis on remplit la burette de solution titrante jusqu'à la graduation zéro. Si on la remplit trop par mégarde, il est possible de faire s'écouler quelques gouttes avec le robinet. Une fois la burette pleine, on peut retirer le verre à pied.

On verse ensuite un volume $\mathrm{V_1} = 10$ mL de **solution titrée** (la solution de bétadine à doser, à diluer au préalable d'un facteur 10) dans un **erlenmeyer**, dans lequel on ajoute un **barreau aimanté**.

On place l'erlenmeyer sur un **agitateur magnétique** à allumer et régler de façon à ce que le **barreau aimanté** tourne à un rythme modéré au milieu de l'erlenmeyer, sous le robinet de la burette.

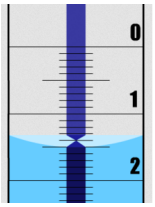
Lorsqu'on verse la solution titrante dans la solution titrée en ouvrant le robinet de la burette, les ions thiosulfate ($\mathrm{S_2O_3^{2-}}$) réagissent rapidement avec le diiode ($\mathrm{I_2}$) de la bétadine pour former des ions tétrathionate ($\mathrm{S_4O_6^{2-}}$) et des ions iodure ($\mathrm{I^-}$). La couleur de la solution titrée étant due au diiode, celle-ci se décolore petit à petit, au fur et à mesure que le diiode est consommé pour produire des ions iodure, qui ne sont pas colorants. Lorsque tout le diiode est consommé (ça sera le cas à un moment car la réaction est totale), la solution est incolore. On relèvera alors le volume total de solution titrante versée, qui correspond au **volume à l'équivalence**.

La décoloration totale n'est pas facile à repérer. Lorsqu'on a l'impression qu'on s'en approche fortement, on ajoute dans la solution titrée quelques gouttes de thiodène (empois d'amidon), qui prend une coloration bleue vive en présence de diiode, même en petite quantité. Le thiodène joue le rôle d'**indicateur de fin de réaction**. Tant que la coloration persiste après une agitation de trente secondes, on considère qu'il reste du diiode dans la solution titrée. Le **virage** (qui se manifeste par une décoloration) a lieu brutalement au voisinage immédiat de l'équivalence.

Dans la pratique, on effectue deux fois le titrage. La première, on verse la solution titrante relativement vite, afin de repérer approximativement la valeur du volume à l'équivalence (au millilitre près). On recommence alors le titrage depuis le début. Cette fois, on verse rapidement la solution titrante au début, puis goutte à goutte à l'approche de l'équivalence. Cela permet de repérer le volume à l'équivalence $\mathrm{V_E}$ à la goutte près.

Par rapport aux autres pièces de verrerie, une burette est graduée à l'envers : on mesure le volume de solution titrante versée en partant du haut.

Pour la lecture des graduations, on peut soit repérer le bas du ménisque comme on le ferait avec une fiole jaugée, soit observer vers où pointe la double-flèche fictive que le phénomène de réfraction fait apparaître au niveau du ménisque, comme illustré ci-dessous.



Sur cet exemple, on lit que le volume de solution titrante versé vaut $1,4$ mL si on a démarré de la graduation 0 avec la méthode de la double flèche, et $1,5$ mL avec la méthode du ménisque. L'écart n'est pas gênant, il suffit de rester cohérent dans la méthode employée du début à la fin de l'expérience.

2 Questions

2.1 Partie I : Activité expérimentale

Q1. Dans un premier temps, il vous est demandé de diluer d'un facteur 10 la solution mère $\mathrm{S_0}$ de bétadine, pour obtenir un volume de 100 mL de solution fille $\mathrm{S_1}$. Indiquer sur le compte rendu les calculs effectués au préalable, rappeler le protocole de la dilution et le mettre en œuvre.

Q2. Recopier et annoter le schéma du montage du titrage.

Q3. Expliquer l'intérêt d'utiliser un erlenmeyer pour contenir la solution titrée, plutôt qu'un bécher.

Q4. Effectuer le titrage, puis noter la valeur du volume à l'équivalence $\mathrm{V_E}$ sur votre compte rendu. Quand vous aurez fini de manipuler, il faudra rincer la burette puis la remplir d'eau distillée.

Q5. Expliquer, a posteriori, pourquoi on vous a demandé de diluer la bétadine d'un facteur 10 avant de la titrer.

Q6. Expliquer pourquoi le thiodène (empois d'amidon) est qualifié d'indicateur de fin de réaction.

2.2 Partie II : Exploitation des résultats

Q7. Déterminer l'équation de la réaction sur laquelle s'appuie ce titrage. Identifier le réactif titrant et le réactif titré.

Q8. À l'équivalence, les réactifs titrant et titré ont été totalement consommés, car ils ont été introduits dans les proportions stoechiométriques et que la réaction est totale. Traduire cette phrase sous forme d'une expression mathématique qui relie la quantité de matière de diiode $n_1(\mathrm{I_2})$ initialement présente dans la solution titrée et la quantité de matière totale $n_{\mathrm{E}}(\mathrm{S_2O_3^{2-}})$ d'ions thiosulfate apportée par la solution titrante versée quand l'équivalence est atteinte.

Q9. En déduire la concentration en quantité de matière du diiode $\mathrm{C_1(I_2)}$ dans la solution diluée $\mathrm{S_1}$, puis la concentration $\mathrm{C_0}$ en diiode dans la solution commerciale $\mathrm{S_0}$ de bétadine. Comparer à la valeur attendue : $\mathrm{C_{0,ref} = 4,1 \times 10^{-2} mol{\cdot}L^{-1}}$.

Q10. En déduire la quantité de matière $\mathrm{n_P}$ de polyvidone iodée dans 100 mL de solution commerciale $\mathrm{S_0}$.

Q11. Déterminer la masse $\mathrm{m_P}$ de polyvidone iodée dans 100 mL de bétadine, sachant que la masse molaire de la polyvidone iodée vaut $\mathrm{M_P = 2362,8\ g{\cdot}mol^{-1}}$.

Q12. Retrouver alors la concentration en polyvidone iodée dans la solution commerciale de bétadine et répondre à la problématique.