

LC 05 = Chimie analytique quantitative et fiabilité

Nvx : Lycée

Biblio : Ac-ventilles

Pré-requis : Tableau avancement
Reaction acide-base, pH
Spécies
Dilution

PC Nathan TS del 2

PC Bodas TS del 2

" Hatica TS del 2

" Hachette del 2

Intro

On utilise tous les jours des produits chimiques : médicaments, produits d'entretien, nourriture ...

Or il existe des limites (dose maximale d'utilisation) fixés par des règles.

Il est donc important pour les industriels de pouvoir certifier ces quantités lors d'une synthèse par exemple → contrôle qualité

ex : affaire du talc de Libby → produit toxique en trop grande quantité

Comment contrôler ces produits ?

→ Le dosage = permet de mesurer la concentration d'une espèce en solution

ex : kinté bleu patiente (E31)
et solution étalon

) → composition nouvelle des teintures → comparaison des absorbances
→ dosage par étalonnage

I. Dosage par étalonnage

1) Principe

Définition à travers la spectrophotométrie

→ consiste à déterminer la concentration d'une espèce en solution en comparant une grandeur physique, caractéristique de la solution, à la même grandeur physique mesurée pour des solutions étalons de concentration connues

↳ ici grandeur mesurée : absorbance A

Manip. : Bleu patente

Calcul molarité Δ

DJA (dos journalier admissible mg de produit admissible par kg de masse corporelle et par jour) = 2,5



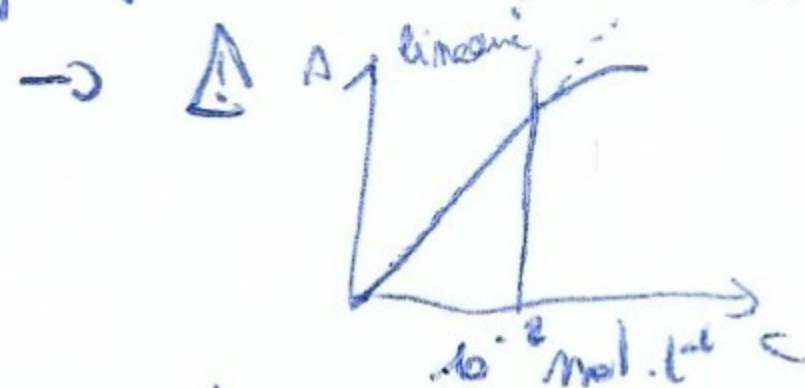
- Couper bouchon (partie bleue)
- Se nettoie dans bécue 100 mL + 10 mL eau → chauffer légèrement en mélangeant
- Après refroidissement → filtre jusqu'à 50 mL → compléter l'eau de jaupé
- Préparer 4 solut^{ns} 10^{-5} à $10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ à l'aide de 2 buettes graduées (une remplie de la solution mes^{ur} l'autre d'eau distillée)
- Déterminer λ_{max} avec solut^{ns} étalon 2 par 2 (dans les 10 nm entre 600 et 800)
 Δ pas oublier blanc (eau distillée) ($\lambda_{\text{max}} \approx 640 \text{ nm}$)
- Mesure l'absorbance à λ_{max} des 4 solutions
- Par étalonnage trouver $C_{\text{échantillon}}$

- Avant j'ajoute comparaison des teintes

- 1 solution + point sur le courbe d'étalonnage pour trouver $C_{\text{échantillon}}$

- Régression linéaire et calcul de C

- Comparaison à la DJA



On a besoin une courbe d'étalonnage → A mesurée pour chaque concentration

Donc → loi de Beer-Lambert (pas de symbol comme ça on a qu'une espèce)

Équation

$$A = \epsilon \times P \times C = k \times C$$

coeff d'absorp^{tion} molaire ϵ $\text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ concentration
épaisseur de solution (cm)

Toutes les solutions ne sont pas colorées \rightarrow comment faire ?
 par exemple la concentration en NaCl d'un sérum physiologique ?

2) Conductivimétrie et étalonnage

Parker - de - bucheri 2e éd p 223

⚠ Namip

En solution NaCl \rightarrow $\text{Na}^+ + \text{Cl}^-$

[Un conductimètre mesure la conductance G (ou résistance R) d'une portion de solution comprise entre 2 plaques (de surface S) de platine parallèles distantes de P constituant les électrodes.

La résistance du circuit compris entre les 2 plaques peut être définie de la même manière que la résistance d'un conducteur métallique

$$R = \frac{\rho \times P}{S} \quad \rho = \text{résistivité du milieu}$$

$$\Omega^{-1} \quad G = \frac{1}{R} = \frac{S}{\rho P} \rightarrow G = k \gamma \quad k = \frac{S}{P} = \text{cte de la cellule} \quad \gamma = \frac{1}{\rho} \quad \text{conductivité} \quad \frac{1}{\Omega \cdot \text{m}}$$

en réalité k plus complexe à cause des effets de bords

k doit être déterminé expérimentalement (étalonnage au moyen de la cellule) par mesure de la conductance d'une solution de σ connue. ($\text{K}^+ + \text{Cl}^-$)

Tension alternative \rightarrow car permet d'éviter des processus d'accumulation de charges sur les plaques \rightarrow faussage des mesures
 f utilisée $\sim 1000 \text{ Hz}$

Courant électrique \rightarrow double migration des anions et des cations en sens inverse

plus la mobilité des ions $\uparrow \rightarrow R \downarrow \sigma \uparrow$

concentration $\uparrow \rightarrow \sigma \uparrow$

À concentration égale ce sont les mobilités des ions et la quantité de charge transportées qui déterminent laquelle des solutions est la plus conductrice $\text{S} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$

Dans la limite des solutions diluées on a $\sigma = \sum_i d_i' \times C_i \quad \text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$
 $\text{S} \cdot \text{m}^{-1}$

Dans une solution plus concentrée il y aura interaction entre les espèces et la conductivité réelle sera inférieure à la conductivité calculée par la somme précédente]

• Etalonnage avec K^+Cl^-

• Concentration étalon $NaCl$ ($0,01 \text{ mol.L}^{-1}$)

↳ fait dilution par: $0,001 \text{ mol.L}^{-1}$; $0,002 \text{ mol.L}^{-1}$; $0,005 \text{ mol.L}^{-1}$
 $0,007 \text{ mol.L}^{-1}$

• Mesure par 0; 0,001; 0,002; 0,005; 0,007; 0,01

• Tracer $G = f(C)$

$\sigma = f(C) \rightarrow$ mesure



linéaire dans un certain domaine

$\sigma = k \times C$ analogue à la loi de Beer-Lambert.

↳ la loi de Kohlrausch

faire ces deux juy

• Mesure du xumm \rightarrow diluer dix le xumm. par être dans le domaine linéaire
 \rightarrow mesure par étalonnage

(xumm 86 ou 0,86 en masse)

$$C_2 = C_1 \left(\frac{\rho_1}{\rho_2} \right) \left(\frac{M_1}{M_2} \right)$$

$$C_{\%} = \frac{C_1 \times 100}{1000}$$

⚠ Montier schéma conductimétrie
et courbe d'étalonnage

Dosage étalonnage \rightarrow efficace mais lent
nécessite d'avoir le produit par l'or de l'analyse de base

Autre méthode \rightarrow titrage

II Dosage par titrage

1) Principe

On va garder le serum pour le titrer par conductimétrie

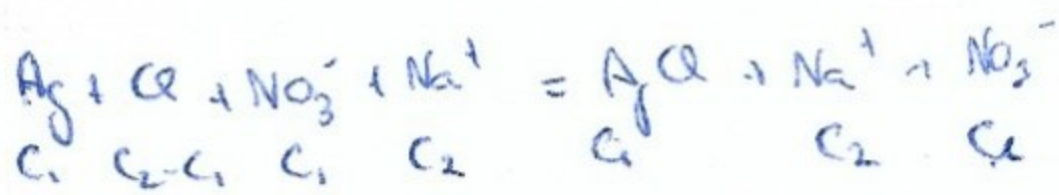
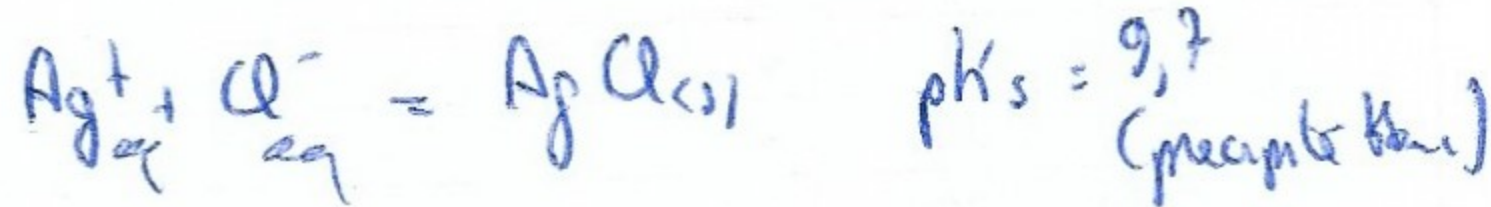
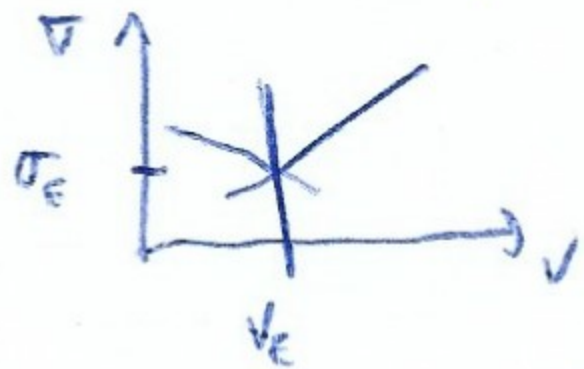
→ Montier le schéma

- Définition : une espèce titrée réagit avec une quantité connue d'une espèce titrante
- Cette réaction doit être rapide, totale et unique → réaction support du titrage
 - ↳ rapide → quasi immédiate
 - ↳ totale → réaction jusqu'à épuisement total d'un des réactifs (réactif limitant)
 - ↳ unique → seule réaction à se dérouler

Planip. Titrage du serum avec nitrate d'argent (Nobis 212)
 agkalem + conductimétrie

△ (V = 10 mL serum
 V = 10 mL 0,2 mol.L⁻¹ nitrate d'argent

Tracer le courbe → faire 10 points à monter ensuite au jury



Exclut	Avant V_{eq}	Après V_{eq}
[Na ⁺]	cte	cte
[NO ₃ ⁻]	↑	↑
[Ag ⁺]	0	↑
[Cl ⁻]	↓	0

$$\sigma = \lambda_{\text{Na}^+} [\text{Na}^+] + \lambda_{\text{Ag}^+} [\text{Ag}^+] + \lambda_{\text{Cl}^-} [\text{Cl}^-] + \lambda_{\text{NO}_3^-} [\text{NO}_3^-]$$

$$\text{Avant } eq \quad \sigma = (c_2 - c_1) \lambda_{\text{Cl}^-} + \lambda_{\text{NO}_3^-} [\text{NO}_3^-] + \lambda_{\text{Na}^+} [\text{Na}^+]$$

$$\text{Après} \quad \sigma = (c_1 - c_2) \lambda_{\text{Ag}^+} + \lambda_{\text{NO}_3^-} [\text{NO}_3^-] + \lambda_{\text{Na}^+} [\text{Na}^+]$$

équivalence → réactifs impliqués en prop. stœchiométrique

→ Pour un titrage conductimétrique → rupture de pente à l'eq. dû à des ≠ de conductivité ionique molaire → signe de conductivité unique?

2) Dosage acide base et indicateur

On peut étudier de la même façon l'évolution du pH

→ réaction acide-base

[Représentation du titrage concordante théorique
Simulation du dosage!]

⚠ Remarques → physagreg TSP

Solutions préparées avant

Simulation du dosage pour obtenir le SST

Remplissage de la burette et rinçage avec indicateur

bleu titrop ~ 50 fois

acide mitigé = 10^{-1}

Point équivalent de réaction!

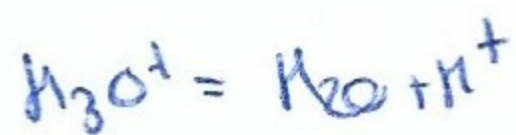
→ Si le tps permet méthode des tangentes



bleu forme basique

être au

point sur cela



Comparer le résultat avec la valeur indiquée

Conclusion

Montier tableau comparatif entre étalonnage et usage

→ Technique pour combler, analyse de manière quantitative ~~et~~ des produits

Autre méthode → ~~analyse~~ CCR, Titrimétrie

autres type de dosage : indirect
retour
potentiométrie

suivi cinétique par dosage

⚠ évaluer les incertitudes pour chaque manip
→ logiciel GUMRC