

OBJECTIFS

- Effectuer une échelle de concentration et une courbe d'étalonnage par conductimétrie.
- Effectuer une échelle de teinte et une courbe d'étalonnage par spectrophotométrie.

I. LE DOSAGE PAR ÉTALONNAGE : QUELQUES GÉNÉRALITÉS.

- Lors d'un dosage par étalonnage, on compare la solution S_0 contenant l'espèce à la concentration molaire C_0 inconnue avec des solutions étalons S_i contenant la même espèce à des concentrations molaires C_i connues.
- On peut utiliser soit la conductimétrie soit la spectrophotométrie pour réaliser ce type de dosage :
 - ✓ **Utilisation de la conductimétrie** : la courbe d'étalonnage est la représentation graphique de $\sigma = f(C)$ où σ est la conductivité des différentes solutions. Connaissant la conductivité σ_0 de la solution S_0 , on en déduit grâce à la courbe d'étalonnage la concentration molaire C_0 de la solution S_0 .
La conductivité σ d'une solution peu concentrée contenant uniquement l'espèce chimique ionique A_mB_n en solution, formée d'ions A_n^- et B_m^+ , est proportionnelle à la concentration molaire C de cette espèce soit $\sigma = k C$.
 - ✓ **Utilisation de la spectrophotométrie** : la courbe d'étalonnage est la représentation graphique de $A = f(C)$ où A est l'absorbance des différentes solutions. Connaissant l'absorbance A_0 de la solution S_0 , on en déduit grâce à la courbe d'étalonnage la concentration molaire C_0 de la solution S_0 .
L'absorbance A d'une solution peu concentrée contenant une espèce chimique colorée est proportionnelle à la concentration molaire C de cette espèce soit $A = k C$ (loi de Beer-Lambert).
- **Remarque** : un dosage par titrage met en œuvre en transformation chimique alors qu'un dosage par étalonnage met en œuvre des mesures physiques (conductimétrie ou absorbance) mais aucune transformation chimique.

II. ÉTALONNAGE PAR CONDUCTIMÉTRIE

Le but de cette manipulation est de déterminer par conductimétrie la concentration molaire d'un sérum physiologique, solution saline isotonique au sérum sanguin et utilisée pour nettoyer les yeux, le nez ou en perfusions intraveineuses lentes pour pallier les pertes liquidiennes importantes. Sur la boîte d'un sérum physiologique vendu dans le commerce on peut lire "Solution de chlorure de sodium à 0,9 %" (concentration massique de 9 g.L⁻¹ en chlorure de sodium). On cherche ici à vérifier cette indication.

On dispose pour cela d'une solution aqueuse de chlorure de sodium de concentration molaire connue, d'un conductimètre préalablement étalonné et d'une solution nommée S_{dil} , obtenue par dilution (25 fois) du sérum physiologique étudié.

Conditions d'application :

- Les solutions doivent être diluées ($C \leq 10^{-2}$ mol.L⁻¹).
- La température doit être maintenue constante.

a. Préparation des solutions filles

À partir d'une solution mère de chlorure de sodium S_0 ($C_0 = 5,00 \cdot 10^{-2}$ mol.L⁻¹), on souhaite réaliser des solutions filles de concentration comprise entre 10^{-3} et 10^{-2} mol.L⁻¹ et de volume $V_f = 50,0$ mL.

Chaque binôme ne prépare que deux solutions filles.

1. Calculer, pour chaque solution, le volume de solution mère V_0 à utiliser. Détailler le calcul pour vos deux solutions filles et indiquer le matériel nécessaire à la dilution.

Solutions filles S_i	S_1	S_2	S_3	S_4	S_5	S_6	S_7	S_8
C_i (mol.L ⁻¹)	$1,00 \cdot 10^{-3}$	$3,00 \cdot 10^{-3}$	$4,00 \cdot 10^{-3}$	$5,00 \cdot 10^{-3}$	$6,00 \cdot 10^{-3}$	$7,00 \cdot 10^{-3}$	$8,00 \cdot 10^{-3}$	$1,00 \cdot 10^{-2}$
Volume V_0 de solution mère (mL)								
σ (mS.cm ⁻¹)								

b. Réalisation de la courbe d'étalonnage

→ Mesurer les différentes conductivités des solutions filles et compléter le tableau.

Respecter les consignes suivantes :

- On commence les mesures de conductivité avec les solutions les moins concentrées, pour minimiser les erreurs éventuelles dues à un mauvais rinçage de la cellule.
 - Rincer avec de l'eau distillée et sécher la cellule conductimétrique après chaque mesure.
2. Tracer le graphe représentant l'évolution de la conductivité σ en fonction de la concentration C des solutions.
- Mesurer la conductivité σ_{dil} de la solution de sérum diluée 25 fois et en déduire graphiquement sa concentration C_{dil} .

c. Exploitation

3. Pourquoi a-t-on dilué le sérum avant de le doser ?
4. Pourquoi la température des solutions doit-elle être constante pendant toute la durée des mesures ?
5. Déterminer la concentration molaire du sérum physiologique dosé et en déduire sa concentration massique. Ce résultat est-il en accord avec l'information sur l'étiquette ?
6. Démontrer que la conductivité σ pour une solution aqueuse de chlorure de sodium est proportionnelle à sa concentration et déterminer l'expression du coefficient de proportionnalité en fonction de la conductivité ionique molaire des ions présents.
7. Comparer la valeur de ce coefficient de proportionnalité à celle de la pente de la droite modélisée.

Données : Conductivité molaire ioniques à 25° C : $\lambda(\text{Na}^+) = 5,01 \text{ mS.m}^2.\text{mol}^{-1}$ et $\lambda(\text{Cl}^-) = 7,63 \text{ mS.m}^2.\text{mol}^{-1}$.
Masse molaires atomiques : $M(\text{Na}) = 23,0 \text{ g.mol}^{-1}$ et $M(\text{Cl}) = 35,5 \text{ g.mol}^{-1}$.

III. ÉTALONNAGE PAR SPECTROPHOTOMÉTRIE

Le but de cette manipulation est de déterminer par spectrophotométrie la concentration massique d'un collyre, solution médicamenteuse liquide à base de bleu de méthylène ou chlorure de méthylthionium ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S}$) qui est un excellent désinfectant mais aussi un antiseptique à faible action donc qui aura une action préventive contre les bactéries. On se propose ici de doser le bleu de méthylène d'un collyre du commerce.

On dispose pour cela d'une solution de bleu de méthylène de concentration massique connue, d'un spectrophotomètre préalablement étalonné et d'une solution nommée S_{dil} , obtenue par dilution (5 000 fois) du collyre étudié.

Conditions d'application :

- La longueur d'onde choisie correspond à un maximum de l'absorbance pour la solution étudiée ;
- La solution est limpide et peu concentrée en espèce colorée ($A < 2$) ;
- Seule l'espèce dosée absorbe pour la longueur d'onde choisie (sinon les autres espèces doivent avoir une concentration constante) ;
- La température doit être maintenue constante.

a. Détermination du maximum d'absorption

Pour mesurer avec précision l'absorbance d'une solution de bleu de méthylène, on doit déterminer la longueur d'onde d'étude λ_0 . Pour cela, on va tracer la courbe $A = f(\lambda)$ du bleu de méthylène.

→ On dispose d'une solution de bleu de méthylène de concentration massique $t_0 = 10 \text{ mg.L}^{-1}$. On remplit la cuve avec cette solution et on mesure, à l'aide du spectrophotomètre l'absorbance A de la solution placée dans la cuve pour diverses longueurs d'onde λ de la lumière envoyée sur cette cuve. On fait donc varier pour une même concentration, la valeur de la longueur d'onde λ entre 400 nm et 700 nm. On trace ainsi $A = f(\lambda)$.

8. À partir de cette courbe, déterminer la longueur d'onde λ_0 qu'il faut utiliser pour réaliser les mesures d'absorbance.

b. Préparation de l'échelle de teinte

À partir d'une solution mère de bleu de méthylène S_0 de concentration massique $t_0 = 10 \text{ mg.L}^{-1}$, on souhaite réaliser des solutions filles de concentration massique comprise entre 1,0 et 10 mg.L^{-1} et de volume $V_f = 10,0 \text{ mL}$. Les volumes seront mesurés avec **deux burettes graduées**. **Chaque binôme ne prépare que deux solutions filles.**

9. Calculer, pour chaque solution, le volume de solution mère V_0 à utiliser et le volume d'eau V_{eau} à ajouter pour compléter à 10,0 mL. Détailler le calcul pour vos deux solutions filles et indiquer le matériel nécessaire à la dilution.

Solutions filles S_i	S_1	S_2	S_3	S_4	S_5	S_6	S_7	S_8
Concentration massique (mg.L^{-1})	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0	8,0	10
Volume V_0 de solution mère (mL)								
Volume V_{eau} d'eau à ajouter (mL)								
Absorbance A_i								

b. Réalisation de la courbe d'étalonnage

→ Mesurer les différentes absorbances des solutions filles et compléter le tableau.

10. Tracer le graphe représentant l'évolution de l'absorbance A en fonction de la concentration massique des solutions.
11. La loi de Beer-Lambert est-elle vérifiée ?

→ Mesurer l'absorbance A_{dil} de la solution de bleu de méthylène diluée 5 000 fois.

12. Pourquoi a-t-il été nécessaire de diluer le collyre commercial pour faire ce dosage ?
13. Déduire de cette mesure la concentration massique du bleu de méthylène dans la solution de collyre diluée puis dans le collyre commerciale. Ce résultat est-il en accord avec l'information sur l'étiquette ?