

FICHE DE PREPARATION

DATES :

NIVEAU : TSpé  **THEME :** TP C2 Dosage par méthodes physiques (spectrophotométrie + conductimétrie)

MATÉRIEL PROFESSEUR :

- « Solution mère » : Solution aqueuse de permanganate de potassium $K^+ + MnO_4^-$ à $0,40 \text{ g.L}^{-1}$ (**+ de 100 mL/binôme**), (préparation : voir ci-dessous à préparer)
- « Solution inconnue » : 250 mL de Solution aqueuse de permanganate de potassium $K^+ + MnO_4^-$ à $0,040 \text{ g.L}^{-1}$ (5 mL/binôme pour mesure A + 100 mL au bureau dans verre à pied pour mesure σ) **étiquetée c inconnue** (préparation voir ci-dessous)
- 2 ou 3 câbles USB pour recharge conductimètre
- Conductimètre Initio 2 de rechange
- solution étalon pour conductimètre $1413 \mu\text{S/cm}$ (Hanna 106191) (rechange si besoin)
- Prévoir beaucoup d'eau distillée
- Solution de sel de Mohr pour rincer les cuves, les burettes, les pipettes**

MATÉRIEL ÉLÈVES :

9 groupes

- Ordinateur allumé
- (**à charger avant**) PASCO Spectrophotomètre (avec câble USB de secours),
- (**à charger avant**) Conductimètre JEULIN Initio 2 avec sonde
- pilulier avec étalon pour conductimètre $1413 \mu\text{S/cm}$ (Hanna 106191)
- 6 cuves pour spectrophotomètre
- pissette d'eau distillée
- burette graduée
- 4 ou 5 fioles jaugées de 100 mL + bouchon
- 5 verres à pied
- 5 pipettes plastique
- 2 bechers 100 mL

A PREPARER :

- Pour préparer la solution mère de permanganate de potassium, on utilise de **l'eau distillée fraîchement bouillie** à partir de laquelle on fabrique une solution à $16,0 \text{ g/L}$ puis par dilution la solution attendue.

Mère :

$C_0 = 16,0 \text{ g/L}$

$V_0 = 50,0 \text{ mL}$ fiole jaugée

« Solution inconnue »

Fille :

$C_1 = 0,40 \text{ g/L}$

$V_1 = 2,00 \text{ L}$ fiole jaugée

Mère :

$C_1 = 0,40 \text{ g/L}$

$V_1 = 25 \text{ mL}$ pipette jaugée

Fille :

$C_2 = 0,040 \text{ g/L}$

$V_2 = 250 \text{ mL}$ fiole jaugée

- Charger les conductimètres Initio 2 Jeulin

Remarques Prof :

Les élèves doivent consulter la vidéo sur le dosage par étalonnage avant le TP

<http://acver.fr/j5v>

NE PAS REJETER à l'évier les solutions de permanganate de potassium.

TP non terminé en classe à finir à la maison

Toutes les mesures sont faites. Elles pourront être exploitées en AP ou à la maison.

Attention les burettes doivent être bien rincées car formation de MnO_2 qui peut les boucher.

Éventuellement rinçage avec solution de sel de Mohr.

Et rincer les électrodes du conductimètre en fin de TP, voire les essuyer en frottant.

Source : Belin Chimie TS page 155

Brouillon prof

Solution mère :

$$t_0 = 0,20 \text{ g/L}$$

préparation solutions filles $V_f = 100 \text{ mL}$

$$V_0 = t_f \cdot V_f / t_0$$

$$\text{Exemple : } V_0 = 0,01 \cdot 10^{-1} / 0,2 =$$

t_f en g/L	0,010	0,020	0,030	0,040	0,050
c_f en mol/L	$6,3 \cdot 10^{-5}$	$1,3 \cdot 10^{-4}$	$1,9 \cdot 10^{-4}$	$2,5 \cdot 10^{-4}$	$3,2 \cdot 10^{-4}$
V à prélever	5 mL	10 mL	15 mL	20 mL	25 mL

(soit 75 mL/binome donc $18 \times 75 = 1,35 \text{ L}$ par classe)

$$\sigma_{\text{théo}} = (\lambda K^+ + \lambda \text{MnO}_4^-) \cdot c \quad c \text{ en mol.m}^{-3}$$

$(7,35+6,1).$

$$(7,35+6,1) \cdot 10^{-3} \cdot 3,2 \cdot 10^{-4} \cdot 10^3$$
$$4,25 \cdot 10^{-3} \text{ S/m} = 4,25 \text{ mS/m}$$
$$4,25 \cdot 10^{-2} \text{ mS.cm}^{-1}$$
$$42,5 \text{ }\mu\text{S.cm}^{-1}$$

Conductivité molaire ionique

$$\lambda K^+ = 7,35 \text{ mS.m}^2.\text{mol}^{-1}$$

$$\lambda \text{MnO}_4^- = 6,10 \text{ mS.m}^2.\text{mol}^{-1}$$

permanganate de potassium



c inconnue



permanganate de potassium



“Mère”

$$c_{\text{m0}} = 0,40 \text{ g/L}$$

NOTICE PASCO SPECTROPHOTOMÈTRE

Connexion



Lancer le logiciel « Pasco Spectrometer »

Connecter le spectrophotomètre (en USB ou bluetooth)

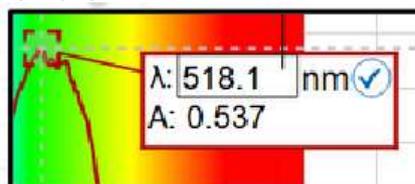
« Faire le blanc »

Manipulez les cuvettes uniquement par les côtés striés pour éviter de laisser des empreintes digitales sur les côtés lisses.

- Sélectionner la page Analyser la solution 
- Couvrir l'ouverture pour bloquer la lumière ambiante, puis cliquer en bas à gauche sur  «Étalonner le noir».
- Remplir une cuve aux $\frac{3}{4}$ avec de l'eau distillée et la placer dans le spectrophotomètre.
- Cliquer sur  «Étalonner Référence»

Choisir la longueur d'onde λ_{\max}

- Remplir une cuve aux $\frac{3}{4}$ avec la solution étalon la plus concentrée et la placer dans le spectrophotomètre.
- Cliquer sur Enregistrer 
- Cliquer sur Arrêter 
- Mettre à l'échelle le spectre 
- Déplacer le curseur coordonnées pour atteindre l'absorbance maximale
- Cliquer sur la coche  valider



Loi de Beer-Lambert

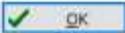
Collecter les données

- Cliquer sur  Concentration
- Si besoin, dans le tableau, modifier les unités de la concentration.
- Entrer les valeurs des concentrations.
- Pour chaque concentration, introduire la cuve et dans le tableau, se placer dans la cellule Absorbance, puis cliquer sur enregistrer.
- Une fois l'absorbance stabilisée, cliquez sur Accepter 
- Cliquer sur Arrêter 
- Refaire la mesure pour les autres solutions étalon.
- Mettre à l'échelle le graphique 
- En bas à gauche, mesurer l'absorbance de la solution de concentration inconnue.

Exploiter les données

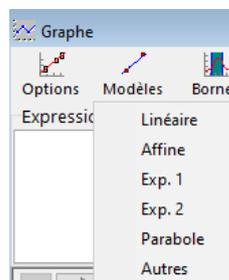
- Ouvrir Regressi
- Fichier > Nouveau > Clavier
- Entrer les variables expérimentales
C
A
Valider par OK
- Entrer les valeurs de C et A.

Variables expérimentales				
Symbole	Unité	Signification	Minimum	Maximum
			0	
			0	
			0	
			0	

La première variable est la variable de tri et par défaut l'abscisse du graphe
 Tri automatique selon la première variable Incrémentation automatique
Chacune des autres variables définit par défaut une ordonnée
Essayez de travailler en S.I. sans préfixe m k ... (sauf kg !)
Paramètres expérimentaux 

- Modéliser les données : Clic droit dans la fenêtre Graphe > Modélisation

- Choisir le modèle



- Ajuster

- Noter la valeur du coefficient de proportionnalité avec son incertitude \pm