

Mesures et incertitudes : activité pour les élèves

Comparaison de trois méthodes de dosage de l'acide éthanoïque – version 1

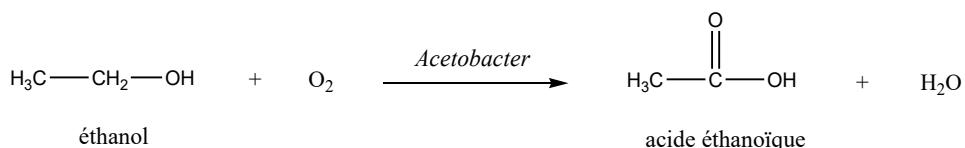


Cette activité est adossée au programme de la partie « Chimie Développement durable » de spécialité SPCL (Sciences Physiques et Chimiques en Laboratoire) de la classe de terminale. Elle peut être proposée dans la séquence 2 : « acides et bases ». Le but est de réaliser à plusieurs reprises un titrage avec suivi pH-métrique, un titrage avec suivi conductimétrique et un titrage colorimétrique, afin de comparer les dispersions des résultats obtenus avec les 3 méthodes.

Objectif de l'activité

Le vin blanc est obtenu à partir d'un jus de raisin par fermentation alcoolique : le glucose contenu dans le raisin blanc est transformé en éthanol.

Un vin blanc laissé à l'air libre va ensuite subir une fermentation acétique : la bactérie « *Acetobacter* » issue des feuilles de hêtres se développe dans le vin blanc non bouché : elle utilise pour vivre l'énergie libérée par l'oxydation de l'éthanol du vin blanc en acide éthanoïque (acide acétique).



Pendant les différentes phases de production du vinaigre, la quantité d'acide éthanoïque va évoluer.

En sortie de production l'acidité maximale permise est de 14.5%.

Un laboratoire a en charge le contrôle de l'acidité du vinaigre en fut de chêne.

Dans le cadre d'une démarche qualité mise en place, le laboratoire doit mettre en œuvre une méthode de dosage la plus fidèle possible.

Pour cela on se propose de mettre en œuvre trois méthodes de dosage de l'acide éthanoïque contenu dans le vinaigre de vin blanc vieilli aux feuilles de hêtres, afin de les comparer :

- le dosage par titrage colorimétrique,
 - le dosage par titrage pH-métrique,
 - le dosage par titrage conductimétrique

1. Mode opératoire

Il s'agit d'un dosage par titrage acidobasique par une solution S_B d'hydroxyde de sodium dont la concentration en quantité de matière c_B est voisine de 0,1 mol/L. L'enseignant fournit la valeur précise de cette concentration.

Pour éviter d'utiliser une solution titrante trop concentrée, on dilue le vinaigre au 1/10^e. On note C_A la concentration de l'acide dilué et V_t le volume prélevé pour le dosage.

Pour chaque méthode de titrage et pour chaque essai le volume V_t prélevé sera égal à 10 mL

1.1. Préparation de la solution titrée

- Préparer 100,0 mL d'une solution S_A par dilution au 1/10th du vinaigre de vin blanc commercial. On notera C_A la concentration de l'acide éthanoïque dans la solution diluée S_A et C_{A0} sa concentration dans le vinaigre commercial.



1.2. Titrages colorimétriques

Nous utilisons pour ce titrage un indicateur coloré appelé « bleu de thymol ». Sa forme acide est jaune et sa forme basique est bleue. Sa zone de virage s'étend de $\text{pH} = 8,0$ à $\text{pH} = 9,6$ et nous admettons qu'il convient pour repérer l'équivalence du titrage de l'acide éthanoïque.

- Réaliser le titrage colorimétrique en suivant le protocole n°1 donné dans l'encadré ci-dessous
- Recommencer le dosage pour obtenir 8 valeurs de volume à l'équivalence.
- Compléter la feuille de résultats avec les 8 valeurs de volumes mesurées.

PROTOCOLE n°1 : dosage par titrage avec indicateur coloré

- Mettre une burette graduée en condition et la remplir avec la solution S_B .
- Dans un erlenmeyer, introduire $V_A = 10 \text{ mL}$ de la solution S_A préparée précédemment.
- Ajouter quelques gouttes de bleu de thymol (indicateur coloré).
- Placer l'rlenmeyer sous la burette, sous agitation magnétique modérée.
- Introduire progressivement la solution S_B , jusqu'à ce que la coloration bleue persiste plusieurs secondes : on est alors à l'état d'équivalence, qui doit être atteint à la goutte de solution titrante près.
- Le volume de solution titrante introduit est alors le volume à l'équivalence V_{E1} : noter sa valeur dans la feuille de calcul.

1.3. Titrages avec suivi pH-métrique

- Réaliser le titrage pH-métrique de l'acide éthanoïque de la solution S_A en suivant le protocole n°2 donné dans l'encadré ci-après.
- Recommencer le dosage pour obtenir 8 valeurs de volume à l'équivalence en employant toujours la même méthode pour repérer le point d'équivalence.
- Compléter la feuille de résultats.

PROTOCOLE n°2 : dosage par titrage avec suivi pH-métrique

- Préparer le tableur -grapheur afin de saisir les valeurs de deux grandeurs : V_B (volume de solution titrante introduit) et pH.
- Mettre une burette graduée en condition et la remplir avec la solution S_B .
- Dans un bécher, introduire $V_A = 10 \text{ mL}$ de la solution S_A préparée précédemment.
- Plonger dans le bécher la sonde d'un pH-mètre préalablement étalonné (ajouter éventuellement de l'eau distillée pour que la cellule soit correctement immergée).
- Placer le bécher sous la burette, sous agitation magnétique modérée.
- Mesurer le pH de la solution et noter sa valeur dans le tableur-grapheur.
- Ajouter 1mL de solution titrante, mesurer à nouveau le pH et noter les valeurs de V_B et pH dans le tableur.
- Recommencer jusqu'à vider la burette mais attention : on procédera à des ajouts de 0,2 mL dès que la variation du pH deviendra plus importante (c'est-à-dire au voisinage de l'équivalence).
- Représenter graphiquement l'évolution du pH en fonction de V_B et exploiter la courbe obtenue pour mesurer le volume à l'équivalence V_{E2} par une méthode de votre choix (méthode des tangentes parallèles ou tracé de la dérivée eu pH).

1.4. Titrages avec suivi conductimétrique

- Réaliser le titrage conductimétrique de l'acide éthanoïque de la solution S_A en suivant le protocole n°3 donné dans l'encadré ci-dessous.
- Recommencer le dosage pour obtenir 8 valeurs de volume à l'équivalence.
- Compléter la feuille de résultats.

**PROTOCOLE n°3 : dosage par titrage avec suivi conductimétrique**

- Préparer le tableur -grapheur afin de saisir les valeurs de deux grandeurs : V_B (volume de solution titrante introduit) et G (conductance) ou σ (conductivité), selon le type de conductimètre disponible.
- Mettre une burette graduée en condition et la remplir avec la solution S_B .
- Dans un bécher, introduire $V_A = 10$ mL de la solution S_A préparée précédemment.
- Plonger dans le bécher la sonde d'un conductimètre préalablement étalonné et ajouter 100 mL d'eau distillée.
- Placer le bécher sous la burette, sous agitation magnétique modérée.
- Mesurer la conductance ou la conductivité de la solution et noter sa valeur dans le tableur-grapheur.
- Mesurer la conductance ou la conductivité en effectuant des ajouts de 1 mL de solution titrante et noter, après chaque ajout, les valeurs de V_B et de G ou σ .
- Représenter graphiquement l'évolution de G ou σ en fonction de V_B et exploiter la courbe obtenue pour mesurer le volume à l'équivalence V_{E3} .

2. Analyse des résultats de mesures et comparaison des trois méthodes

Dans toute cette partie on ne s'intéressera qu'à la dispersion des valeurs de concentration de l'acide dilué.

1. Moins une méthode de mesure donne des résultats dispersés, plus on la qualifie de « fidèle ». En analysant les sources d'erreur associées aux 3 méthodes, quel est selon vous la méthode de titrage la plus fidèle, la moins fidèle ?

Le but de toute la suite est de vérifier la prévision faite à la question 1 en analysant statistiquement les résultats expérimentaux obtenus.

2. La formule de l'acide éthanoïque est $CH_3COOH (aq)$ et celle de la solution S_B d'hydroxyde de sodium est $Na^+ (aq) + HO^- (aq)$. Écrire l'équation de la réaction acidobasique support de ce titrage et en déduire la relation à l'équivalence entre C_A , V_A , C_B , et V_E (volume à l'équivalence).
3. En tenant compte de la relation précédente, programmer les colonnes F, K et P pour calculer toutes les valeurs c_A de concentrations de la solution diluée S_A correspondant aux valeurs des volumes à l'équivalence mesurés.
4. Programmer les cellules F11, K11 et P11 pour calculer les moyennes des concentrations obtenues par chacune des trois méthodes testées.
5. Indiquer si, *a priori*, la réponse 1 est validée par l'allure des graphiques qui s'affichent.
6. Proposer une exploitation possible des séries de mesure afin de comparer quantitativement les 3 méthodes en termes de fidélité.
7. Après validation par le professeur, exploiter la feuille de calcul pour mettre en œuvre la méthode proposée à la question précédente et, en conclusion, classer les 3 méthodes par ordre de fidélité croissante en justifiant votre raisonnement.
8. Formuler trois phrases (une par méthode testée) sur le modèle :
« *La méthode ... donne une concentration de valeur moyenne ... avec une incertitude-type de ...* ».

DOCUMENT : évaluation d'une incertitude-type par une méthode de type A

Lorsque l'on dispose d'un échantillon de n valeurs mesurées avec la même méthode, alors :

- la moyenne des valeurs de l'échantillon est le meilleur estimateur de la valeur mesurée ;
- son incertitude-type peut être évaluée avec la relation :

$$u(V_{Emoy}) = \frac{s}{\sqrt{n}}$$

s étant l'écart-type de l'échantillon et n le nombre de valeurs qu'il contient.