

Séquence 4

CH8 Validité et limites des tests et mesures effectués en chimie

Fiche liées à cette séquence :

- ▶ Fiche de synthèse Séquence 4
- ▶ Fiche Spectrophotométrie

ACTIVITE 2 : Dosage des ions nitrates dans une eau du robinet par spectrophotométrie

Les ions nitrate NO_3^- présents dans le sol et les eaux proviennent de la dégradation de l'humus, de la matière organique apportée comme fertilisant ou de l'azote nitrique des engrais azotés.

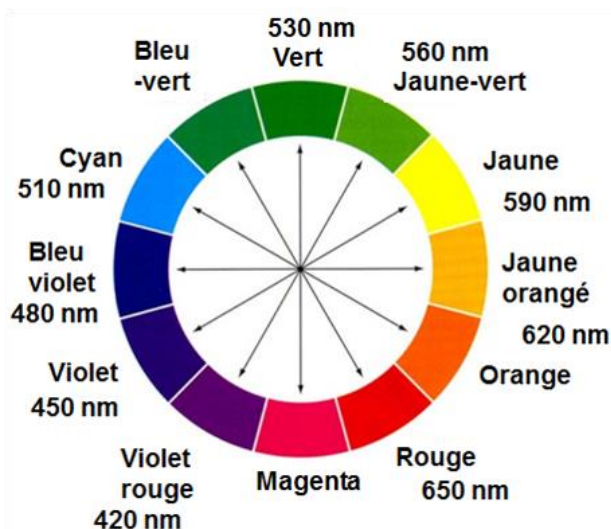
Leur accumulation en trop grande quantité contribue à modifier l'équilibre biologique des milieux aquatiques. Ils présentent également des risques pour la santé.

Principe du dosage

On effectue un **dosage spectrophotométrique** des ions contenus dans une eau du robinet. En présence d'acide 2,4-phénoldisulfonique, les ions nitrate réagissent avec apparition d'une coloration jaune. La concentration des ions nitrate de cette solution peut alors être déterminée grâce à un dosage par étalonnage.

Document 1 : Les couleurs complémentaires

Les couleurs complémentaires sont opposées sur le cercle chromatique.



D'après : <http://www.metaphysik.fr/>

Document 2 : Spectroscopie ultraviolet-visible

La spectroscopie ultraviolet-visible ou spectrométrie ultraviolet-visible est une technique de spectroscopie mettant en jeu les photons dont les longueurs d'onde sont dans le domaine de l'ultraviolet (200 nm – 400 nm), du visible (400 nm – 750 nm) ou du proche infrarouge (750 nm - 1400 nm). Soumis à un rayonnement dans cette gamme de longueurs d'onde, les molécules, les ions ou les complexes sont susceptibles de subir une ou plusieurs transition(s) électronique(s).



Spectroscopie UV-visible

Les substrats analysés sont le plus souvent en solution, mais peuvent également être en phase gazeuse et plus rarement à l'état solide.

Le spectre électronique est la fonction qui relie l'intensité lumineuse absorbée par l'échantillon analysé à la longueur d'onde. Le spectre est le plus souvent présenté comme l'absorbance en fonction de la longueur d'onde. Il peut aussi être présenté comme le coefficient d'extinction molaire en fonction de la longueur d'onde.

Loi de Beer-Lambert

La technique d'analyse est souvent utilisée dans un mode quantitatif pour déterminer la concentration d'une entité chimique en solution, en utilisant la Loi de Beer-Lambert :

$$A_{\lambda} = -\log_{10} \frac{I}{I_0} = \varepsilon_{\lambda} \cdot \ell \cdot C.$$

- I / I_0 est la transmittance de la solution (sans unité),
- A est l'absorbance ou densité optique à une longueur d'onde λ (sans unité),
- ε_{λ} est le coefficient d'extinction molaire (en $\text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$). Il dépend de la longueur d'onde, de la nature chimique de l'entité et de la température. Cette constante représente une propriété intrinsèque de l'espèce qui absorbe dans un solvant donné, à une température et une pression donnée.
- ℓ est la longueur du trajet optique dans la solution traversée, elle correspond à l'épaisseur de la cuvette utilisée (en cm).

Document 3 : Limite de détection

La limite de détection (LD) est la plus petite concentration fournissant un signal significativement différent du blanc : c'est la plus petite quantité d'espèce chimique analysée pouvant être détectée dans l'échantillon, mais pas nécessairement quantifiée.

Détermination de la limite de détection

On réalise une série de n mesures sur des échantillons (appelés blancs) contenant l'ensemble des constituants, à l'exception de la substance analysée.

$$LD = m_{\text{blanc}} + 3 S_{\text{blanc}}$$

m_{blanc} est la moyenne de la série de mesures

S_{blanc} est l'écart-type de la série de mesures

Le facteur multiplicatif 3 correspond à un risque de 0,3 % de conclure à la présence de la substance recherchée alors qu'elle est absente.

Document 4 : méthode de dosage des ions nitrates par spectrophotométriePréparation de l'échelle de teintes

- Préparer la solution notée $S_{\text{mère}}$ en dissolvant 129 mg de nitrate d'ammonium (de formule brute NH_4NO_3) dans 1,00 L d'eau distillée. On obtient alors une solution de concentration massique en ions NO_3^- égale à 100 mg.L^{-1} .
- Ajouter dix gouttes d'acide 2,4-phénoldisulfonique à cette solution mère. La solution prend une coloration jaune.
- Diluer cette solution afin d'obtenir quatre solutions filles notées S_1 à S_4 .

Les données utiles à ces préparations sont regroupées dans le tableau ci-dessous :

Solution	S_1	S_2	S_3	S_4
Concentration en ions NO_3^- de la solution fille C_{fille} (mg.L^{-1})	10,0	25,0	50,0	80,0
Volume de solution mère à prélever $V_{\text{mère}}$ (mL)				
Volume de la solution fille V_{fille} (mL)	50,0	50,0	50,0	50,0

Tracé de la courbe d'étalonnage

- Régler le spectrophotomètre à la longueur d'onde adaptée.
- Mesurer l'absorbance A de chaque solution ($S_{\text{mère}}$, S_1 à S_4) et tracer la courbe d'étalonnage $A=f(C)$.

Mesure de la concentration en ions nitrates dans l'eau du robinet

- Ajouter dix gouttes d'acide 2,4-phénoldisulfonique à l'eau du robinet étudiée. La solution prend une coloration jaune en présence d'ions NO_3^- .
- Mesurer l'absorbance de l'eau et en déduire sa concentration en ions NO_3^- à l'aide de la courbe d'étalonnage.

1. Tracer à l'aide d'un spectrophotomètre le spectre d'absorption de la solution mère d'ions nitrate à laquelle on a ajouté dix gouttes d'acide 2,4-phénoldisulfonique.
1. En déduire la longueur d'onde à laquelle régler le spectrophotomètre afin d'effectuer les mesures d'absorbance des solutions de l'échelle de teintes.
2. Remplir le tableau du document 4 en indiquant le volume de solution mère à prélever pour préparer les solutions filles. Détailler un des calculs sur votre compte-rendu.
3. Indiquer le matériel nécessaire à la préparation de la solution S_1 .
4. Proposer un protocole pour déterminer la limite de détection de la méthode de dosage des ions nitrate par spectrophotométrie.
5. Mettre en œuvre le protocole après accord du professeur.
6. Déterminer à l'aide de cette méthode, si l'eau du robinet contient des ions nitrate. Déterminer leur concentration dans ce cas.