

DÉTERMINER UNE QUANTITÉ DE MATIÈRE À L'AIDE D'UN TITRAGE

Cristina da Cruz

Objectifs Savoir réaliser un titrage.
Comprendre les enjeux de la chimie analytique.

Terminale spécialité - Sciences physiques et chimiques **Constitution et transformations de la matière**

Thème 1 • Déterminer la composition d'un système par des méthodes physiques et chimiques.

Partie • Analyser un système chimique par des méthodes physiques.

Notions et contenus Titre massique et densité d'une solution

Compétences mobilisées Restitution de connaissances **RCO**
S'approprier **APP**
Analyser / Raisonner **ANA/RAI**
Réaliser **REA**
Valider **VAL**
Communiquer **COM**

L'EAU ET LES MICROPOLLUANTS

Nous utilisons dans notre vie moderne plus de 110 000 molécules ou produits différents dont il reste obligatoirement des traces plus ou moins importantes dans l'air, le sol, les aliments et finalement l'eau qui joue un peu le rôle de réceptacle final de toute cette pollution environnementale.

Les faibles doses de polluants sont-elles dangereuses ?
© Médiachimie.



www.mediachimie.org/ressource/les-faibles-doses-de-polluants-sont-elles-dangereuses



POUR BIEN DÉMARRER!

Rappel

Nous vous conseillons de consulter le Dossier 4 :
Mesurer la quantité de matière d'une espèce en solution dans un échantillon,
 1^{re} enseignement général, disponible sur le site Mediachimie :
www.mediachimie.org/ressource/mesurer-la-quantite-de-matiere-dune-espèce-en-solution-dans-un-échantillon

1^{er} générale - enseignement de spécialité • Constitution et transformation de la matière

DOSSIER 4 MESURER LA QUANTITÉ DE MATIÈRE D'UNE ESPÈCE DANS UN ÉCHANTILLON

Lucien Flameng

Objectifs Comprendre la notion de contrôle qualité. Se familiariser avec les notions de temps, d'espèce libérée et d'inhib, d'équivalence. Réaliser une dilution. Réaliser un titrage colorimétrique.

1^{er} générale - enseignement de spécialité Constitution et transformation de la matière

Thème 1 • Suivi de l'évolution d'un système, siège d'une transformation.
Partie C • Détermination d'une quantité de matière grâce à une transformation chimique.

Notions et contenus Titrage avec suivi colorimétrique. Réaction d'oxydo-réduction support du titrage; changement de réactif limitant au cours du titrage. Détection et réglage de l'équivalence.

Compétences mobilisées S'approprier **88**
 Analyser **11**
 Réaliser **88**
 Valider **88**

CONTRÔLE QUALITÉ
 Avant la mise sur le marché, les produits de consommation doivent passer par un contrôle qualité. Le chimiste peut ainsi vérifier si le produit répond aux exigences des normes en vigueur, jouant de ce fait un rôle de protection et de sécurité auprès des consommateurs. Quelles sont les qualités d'un produit ? Comment déterminer la quantité de matière d'une espèce chimique pour contrôler un produit ?

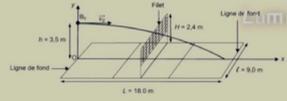
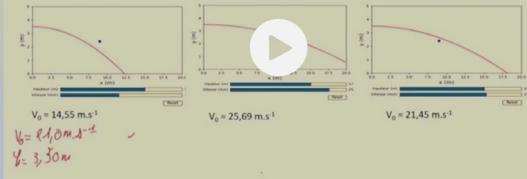
Temps d'un contrôle qualité approuvé



Vidéo Lumni de 28'

Étude d'un problème de chute libre pour découvrir les bases de la mécanique du point et un cours sur les dosages afin de déterminer la masse, la quantité ou la concentration de matière d'une espèce chimique dans un échantillon.

Alors ? Le service est-il réussi ?

$$y(x) = -\frac{g}{2v_0^2} x^2 + h$$



$v_0 = 14,55 \text{ m.s}^{-1}$
 $v_0 = 25,69 \text{ m.s}^{-1}$
 $v_0 = 21,45 \text{ m.s}^{-1}$

$v_0 = 14,0 \text{ m.s}^{-1}$
 $y = 3,30 \text{ m}$



www.lumni.fr/video/letude-de-la-chute-libre-les-dosages-par-etallonnage-et-par-titrage

PARTIE A : LES MICROPOLLUANTS OMNIPRÉSENTS DANS L'EAU

La présence des polluants dans notre environnement est maintenant connue grâce aux progrès des techniques d'analyses. Dès les années 1980, on sait détecter dans un litre de solution, 1/1 000 gramme de produit, alors qu'aujourd'hui, on détecte couramment 1/1 000 000 000 gramme, c'est-à-dire l'équivalent d'un morceau de sucre dans une piscine olympique! Dans les années 1990, on s'est aperçu que certains produits pouvaient avoir des effets perturbateurs sur la faune et sur la santé humaine, non seulement à partir d'une certaine concentration, mais aussi avec des faibles doses de polluant durant une longue période d'exposition.

Document 1 : Le traitement de l'eau



L'eau au labo : vidéo de 5'02

www.mediachimie.org/ressource/leau-au-labo



1 APP Après avoir visionné la vidéo du **Document 1**, donner le nom des polluants invisibles à l'œil nu et présents dans l'eau du robinet.

.....

.....

2 APP Donner des exemples de ces polluants.

.....

.....

3 APP Pour quelle raison s'intéresse-t-on maintenant plus particulièrement à ces polluants ?

.....

.....

4 APP Quel est le nombre de molécules différentes potentiellement présentes dans l'eau ? Comment peut-on les identifier ?

.....

.....

5 APP Sait-on traiter l'eau de façon efficace pour éliminer ces polluants ?

.....

.....

6 APP Que peut-on faire de plus ?

.....

.....

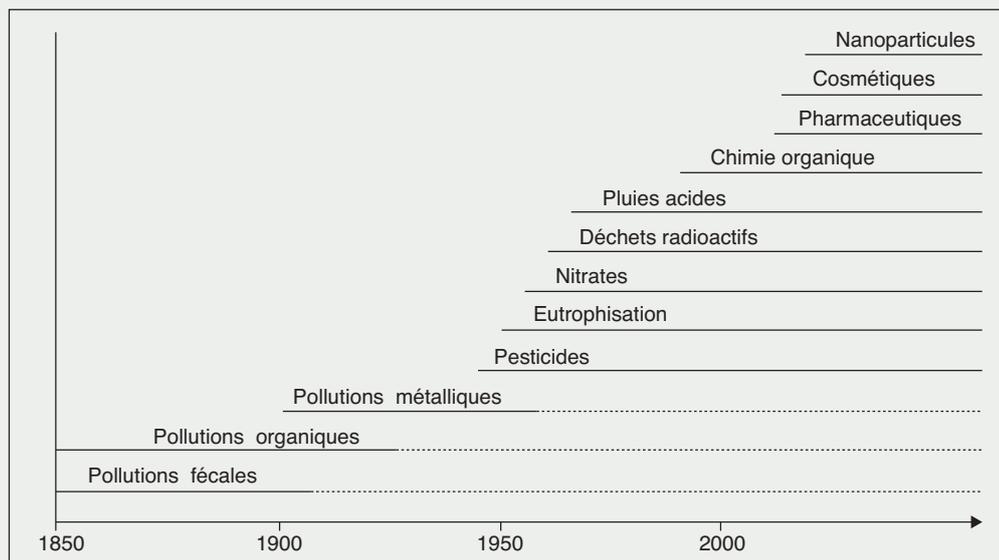
Document 2 : Classification des différents types de polluants

Macropolluants	Nitrates, phosphates...
Micropolluants organiques	Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) Phénols Plastifiants Solvants organochlorés Phtalates Détergents Pesticides PCB Substances pharmaceutiques et d'hygiène Hormones Nouveaux composés émergents Nanoparticules
Micropolluants inorganiques	Métaux et métalloïdes : Pb, Hg, Cd, Ni, Cu, Zn, As, Cr, Co, Fe,...



Extrait de «Les micropolluants dans les écosystèmes aquatiques : enjeux de la directive eau »
www.mediachimie.org/ressource/les-micropolluants-dans-les-ecosystemes-aquatiques-enjeux-de-la-directive-eau

Document 3 : Chronologie des principales sources de pollution des eaux continentales dans les pays industrialisés



Extrait de « Biochimie naturelle et traitement de l'eau : de la chimie des écosystèmes et des cocktails »

www.mediachimie.org/ressource/biochimie-naturelle-et-traitement-de-leau-de-la-chimie-des-ecosystemes-et-des-cocktails...

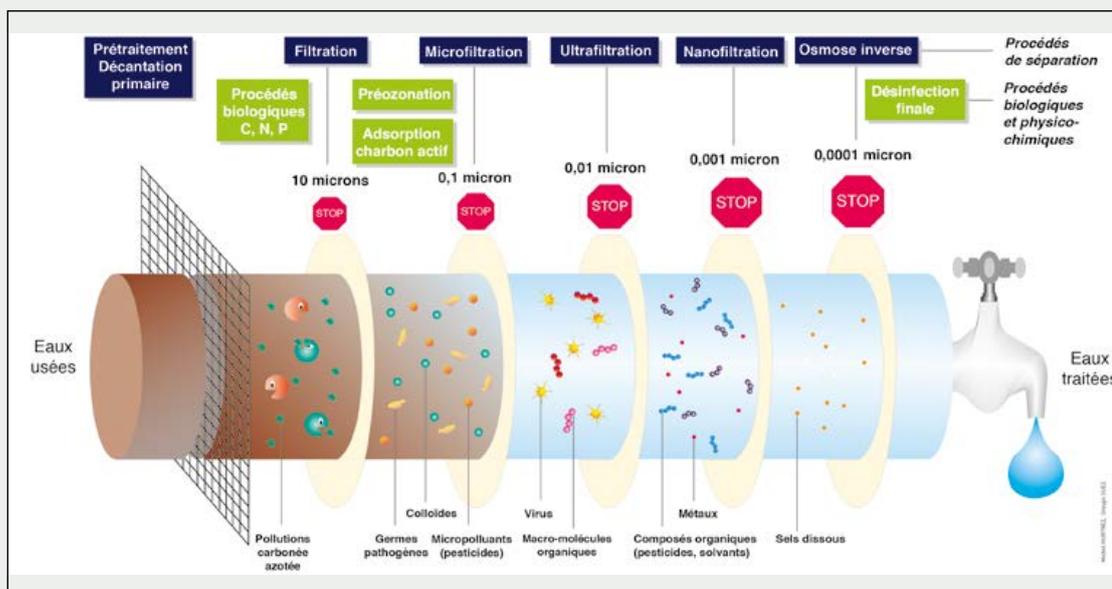


7 REA Expliquer à partir de quelle date les micropolluants ont constitué une source de pollution des eaux.

.....

.....

Document 4 : Les techniques membranaires de filtration



Extrait de « L'eau et la ville »

www.mediachimie.org/ressource/l'eau-et-la-ville



8 ANA Quel type de technique permet de traiter les eaux usées quant à l'élimination de pesticides ?

.....

.....

.....

9 ANA Donner l'ordre de grandeur en m de la taille des pesticides ainsi éliminés.

.....

.....

Document 5 : Principe de la Zone Libellule

Dans le cadre d'une politique de protection de la qualité des masses d'eau et de reconquête des zones humides, la société Lyonnaise des Eaux a mis en place un modèle expérimental de zone humide artificielle appelée Zone Libellule® (= Zone de Liberté Biologique et de Lutte contre les Polluants Émergents), avec deux objectifs :

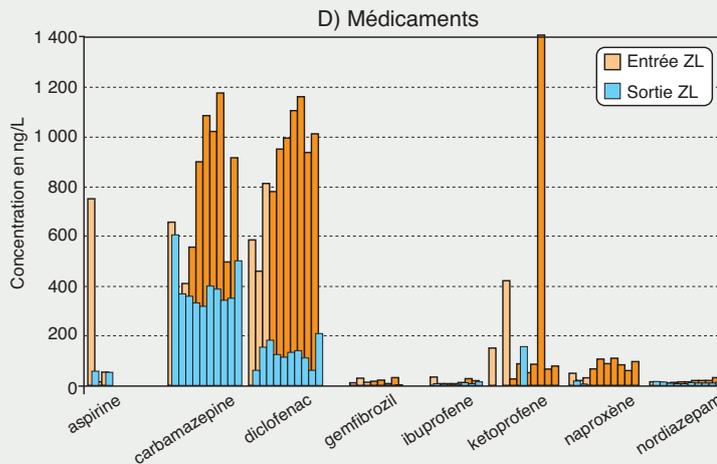
- revitaliser la biodiversité en créant des paysages humides écologiques et des habitats favorables à une flore et à une faune irremplaçables ;
- recréer un écosystème aquatique complexe qui puisse réduire naturellement les micropolluants.



La stratégie consiste à développer une suite d'écosystèmes spécifiques qui profitera de la biodiversité naturelle des zones humides (biofilms, diatomées, planctons, microphytes, macrophytes, faune) pour apporter une complémentarité très riche en processus biologiques et biochimiques, aux systèmes épuratoires classiques.

Extrait de « Biochimie naturelle et traitement de l'eau : de la chimie des écosystèmes et des cocktails »

Document 6 : Concentration en masse de certains micropolluants (médicaments) sur une Zone Libellule



Histogramme de suivi des micropolluants à l'entrée et à la sortie de la Zone Libellule de Saint-Just (en orange les concentrations en sortie de station d'épuration (entrée Zone Libellule) et en bleu clair les concentrations en sortie de la Zone Libellule sur plusieurs campagnes d'étude).

Extrait de « Biochimie naturelle et traitement de l'eau : de la chimie des écosystèmes et des cocktails »

Le Diclofénac[®], antidouleur et anti-inflammatoire, possède une toxicité environnementale importante; on sait par exemple qu'il est la cause de la mortalité des vautours au Pakistan et en Afrique qui consommaient des carcasses de bétails traitées par le Diclofénac[®] d'usage vétérinaire. Cette molécule vient d'ailleurs d'être proposée pour rejoindre la liste des substances prioritaires.

10 **COM** Chercher la formule et le nom en nomenclature officielle du Diclofénac[®].

11 **REA** Écrire le couple acide-base correspondant au Diclofénac[®].

12 **ANA** Calculer le rendement d'élimination moyen du Diclofénac[®]. Conclure.

13 **COM** Les techniques d'analyse de composés acide-base que vous connaissez comme les titrages pH-métriques ou conductimétriques vous paraissent-elles envisageables dans la détection de tels micropolluants dans les eaux ?

PARTIE B : ACTIVITÉ EXPÉRIMENTALE CONTREFAÇON DE MÉDICAMENTS

Document 7 : Faux médicaments ?

En 2018, le trafic de faux médicaments est estimé à 200 milliards de dollars. L'essor du e-commerce et la relative impunité des trafiquants ont aggravé ce phénomène. La pression n'a jamais été aussi vive au sein des états-majors des grands laboratoires pharmaceutiques. La contrefaçon de médicaments ne faiblit pas, au contraire ! En cinq ans, le nombre d'incidents a augmenté de 60 %, selon le *Pharmaceutical Security Institute* (PSI), un organisme international de veille du secteur. Le trafic de faux médicaments est estimé à 200 milliards de dollars, contre 75 milliards en 2006. Soit autour de 20 % du marché pharmaceutique mondial. En Europe, les États perdent environ 1,7 milliard d'euros de prélèvements fiscaux et cotisations sociales à cause de ce fléau.

Tous les médicaments sont concernés par le crime pharmaceutique, les molécules princeps autant que les génériques, fabriqués à 90 % en Inde et en Chine. Il s'agit aussi bien de produits coûteux contre le cancer que d'antidouleurs vendus à bas prix. Le Viagra (Pfizer) continue de tenir le haut du pavé. Un commerce dix à vingt fois plus rémunérateur que le trafic de cigarettes et d'héroïne. Mille dollars investis dans le trafic de médicaments contrefaits rapporteraient jusqu'à 500.000 dollars aux organisations criminelles, selon l'Institut international de recherche anti-contrefaçon de médicaments.

www.lefigaro.fr/conjoncture/contrefacon-de-medicaments-un-fleau-sanitaire-et-economique-20190423



Un laboratoire d'analyses est en charge d'identifier si un lot de médicaments intercepté ayant été commandé sur Internet est en adéquation avec la réglementation en vigueur en France. Travaillant au sein de ce laboratoire, votre mission consiste, à effectuer un titrage pH-métrique de l'Ibuprofène®, principe actif des médicaments saisis, et à vérifier leur teneur en cette espèce chimique.

Matériels disponibles :

- hydroxyde de sodium à 0,10 mol/L ;
- béchers ;
- éthanol à 95 % ;
- 1 comprimé d'Ibuprofène® de 200 mg « intercepté » ;
- pH-mètre étalonné.

Document 8 : Extrait de la notice du médicament saisi

Composition : Ibuprofène® 200 mg pour un comprimé pelliculé

Indications thérapeutiques : ce médicament contient un anti-inflammatoire non stéroïdien. Il est indiqué chez l'adulte et l'enfant de plus de 20 kg dans les traitements de courte durée de la fièvre et/ou douleurs telles que les états grippaux, maux de tête, courbatures.

Document 9 : Extrait d'un protocole de titrage de l'Ibuprofène®

On dissout un comprimé d'Ibuprofène® dans un volume de 20 mL de solvant approprié. On ajoutera une fois la dissolution réalisée un volume de 20 mL d'eau distillée. L'Ibuprofène®, un acide faible, peut être titré par une solution d'hydroxyde de sodium à $0,10 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ à l'aide d'une méthode pH-métrique. Dans ces conditions, 1,0 mL de solution d'hydroxyde de sodium réagit avec 20,63 mg d'Ibuprofène®.

On admettra que les excipients présents dans le comprimé n'interviennent pas ou de manière négligeable dans la réaction du titrage.

14 REA Chercher la formule topologique de l'Ibuprofène® et son nom en nomenclature officielle.

.....

.....

15 REA En notant, AH la formule chimique de l'Ibuprofène® et A⁻ celle de sa base conjuguée, écrire l'équation de la réaction support du titrage.

.....

.....

16 ANA Sachant que la solubilité à 25 °C en mg/mL de l'Ibuprofène® dans l'éthanol est de 210 et celle dans le cyclohexane de 230, l'éthanol étant complètement miscible avec l'eau contrairement au cyclohexane, expliquer quel solvant choisir pour le titrage du comprimé.

.....

.....

17 REA Réaliser le titrage du comprimé saisi.

.....

.....

18 REA Utiliser un tableur-grapheur pour tracer la courbe du pH en fonction du volume de réactif titrant versé.

19 COM/REA Utiliser vos résultats, en tenant compte de leur précision, pour déterminer si le médicament saisi est conforme à l'indication figurant sur la notice et aux exigences des normes européennes. Indiquer les sources d'erreurs possibles. D'après les normes de la pharmacopée européenne : un comprimé doit contenir entre 98,5 % et 101 % de la masse indiquée en principe actif.

.....

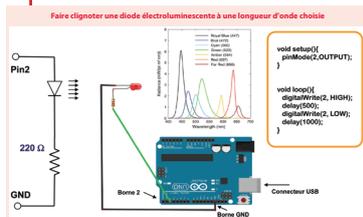
.....

Pour aller plus loin



Comment élaborer un titrimètre automatique et l'évaluation de ses performances directement par les élèves avec un microcontrôleur ?

www.mediachimie.org/ressource/repenser-l'enseignement-des-sciences-analytiques-par-la-construction-et-l'evaluation-d



Construire un colorimètre et évaluer l'incertitude des méthodes de dosage par étalonnage avec un microcontrôleur.

www.mediachimie.org/ressource/construire-un-colorimetre-et-evaluer-des-methodes-de-dosage-par-etalonnage



Étude des effets des pesticides sur les sols d'une tourbière utilisée pour la culture du maïs.

www.mediachimie.org/ressource/chimie-de-campagne



Cette vidéo présente une méthode de datation sans prélèvement pour lutter contre la fraude et la contrefaçon de bouteilles prestigieuses,

www.mediachimie.org/ressource/vitrum-veritas



Combattre la contrefaçon par la sécurisation de la chaîne d'approvisionnement pharmaceutique.

<https://pepite-depot.univ-lille2.fr/nuxeo/site/esupversions/3d0be-b4b-2882-4f16-ac0e-e334bb065cad>



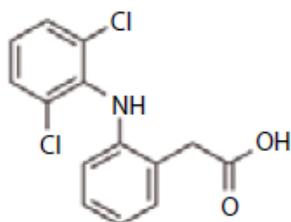
PARTIE A : Les micropolluants omniprésents dans l'eau

1. Les polluants invisibles à l'œil nu et présents dans l'eau du robinet se nomment des micropolluants.
2. Les micropolluants sont principalement des hormones, métaux lourds, phtalates, médicaments, solvants, pesticides, benzène, carburants, produits d'entretien, bisphénol.
3. Les techniques analytiques d'il y a 10 - 20 ans ne permettaient pas de détecter la présence de ces micropolluants.
4. Il y a autour de 8000 molécules actives. Il faut une analyse multicomposants pour permettre de les identifier.
5. Pour le moment, seules des installations pilotes qui se rapprochent de l'échelle industrielle sont en place pour chercher des solutions et réduire la concentration des micropolluants et pour les traiter.
6. Il faut des actions à la source c'est-à-dire des modifications des pratiques et des process industriels, des actions de sensibilisation auprès de la population.
7. On constate qu'à partir de 2010 les nanoparticules, les cosmétiques et les produits pharmaceutiques (micropolluants organiques) constituent une source de pollution des eaux.

8. Il s'agit de la microfiltration.

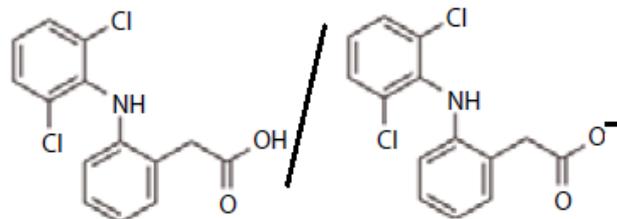
9. La taille des pesticides éliminés est de 0,1 μm soit 10^{-7} m.

10.



Diclofénac (acide 2-[2-(2,6-dichloro-phényl)aminophényl]éthanoïque)

11.



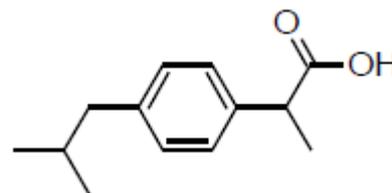
12. En moyenne à l'entrée de la Zone Libellule on détecte 800 ng/L et à la sortie 100 ng/L de Diclofénac[®]. Soit un rendement moyen de $100/800 = 12,5\%$ pour son élimination. On peut donc conclure que la Zone Libellule est particulièrement efficace dans l'élimination de ce micropolluant.

13. Les titrages que nous connaissons ne sont pas suffisamment sensibles au vu des très faibles concentrations détectées de l'ordre du $\mu\text{g/L}$ c'est-à-dire 10^{-6} g/L soit pour le Diclofenac[®] une concentration en quantité de matière de

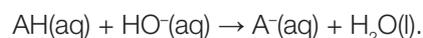
$$c = \frac{c_m}{M} = \frac{800 \times 10^{-9}}{296} = 2,7 \times 10^{-9} \text{ mol/L}$$

Partie B : Activité expérimentale Contrefaçon de médicaments

14. Nom dans la nomenclature officielle : acide 4-isobutyl-2-méthylphényléthanoïque



15. En notant, AH la formule chimique de l'ibuprofène et A⁻ celle de sa base conjuguée, l'équation de la réaction support du titrage est :



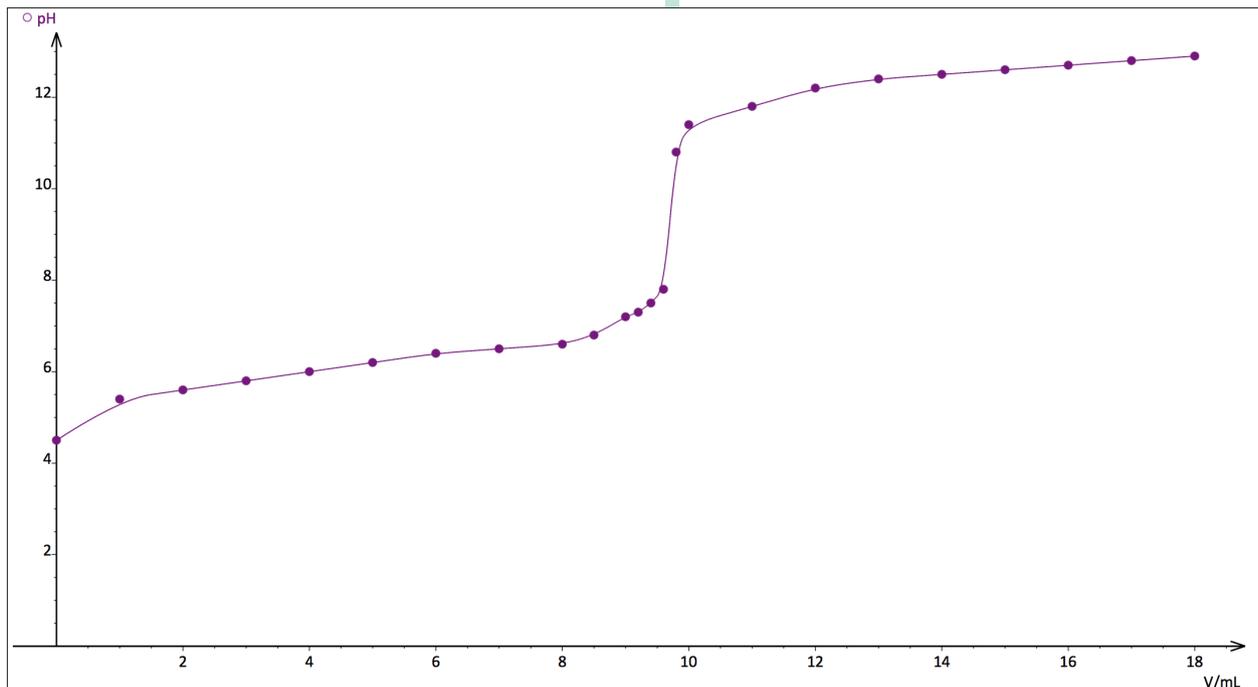
16. Il faut donc utiliser l'éthanol pour sa miscibilité avec l'eau.

17. Suivre le protocole décrit.

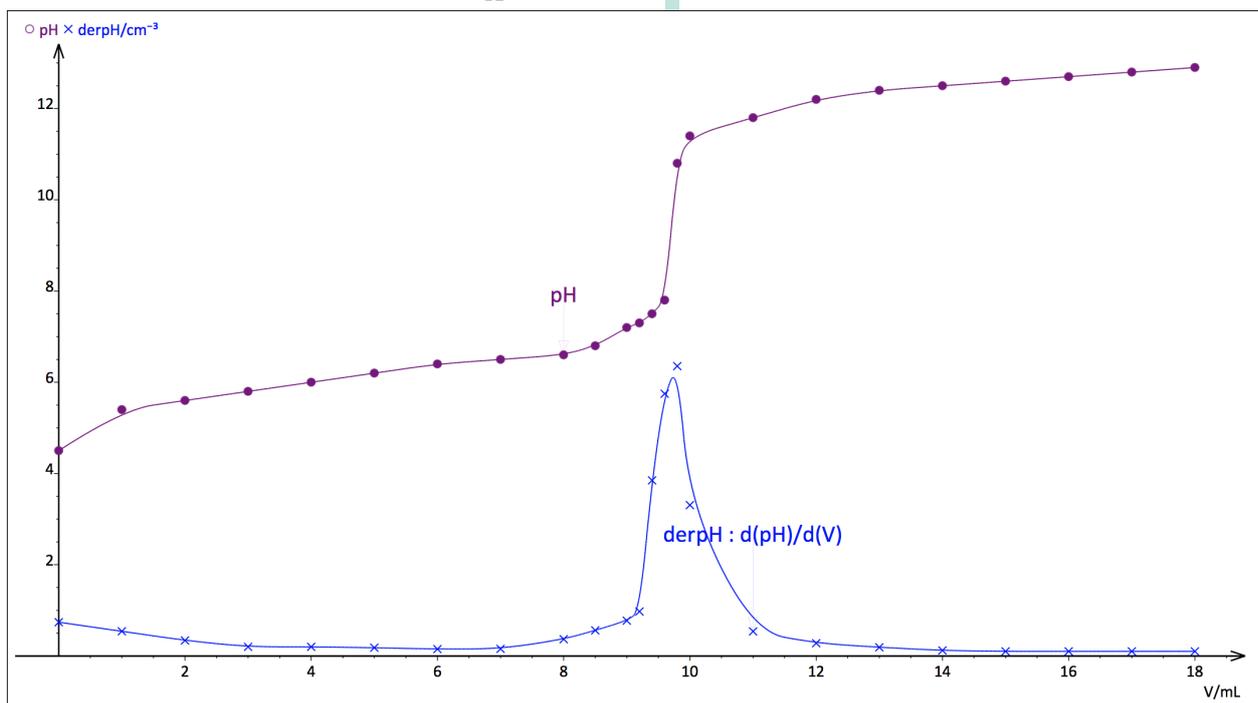
Suite du corrigé



18.



19. Avec la méthode des tangentes ou de la dérivée on détermine le volume équivalent qui vaut $V_{BE} = 9,7 \text{ mL}$.



La notice indique que le médicament contient 200 mg d'Ibuprofène® et la pharmacopée européenne indique que la teneur en Ibuprofène® peut varier entre 98,5 % et 101 % en masse. La masse d'Ibuprofène® dans un comprimé doit donc être comprise entre 197 mg et 202 mg d'après les normes de la pharmacopée européenne. Il faut aussi tenir compte de l'incertitude sur le résultat de la mesure obtenue liée à la manipulation, à la détermination du volume équivalent et au matériel utilisé. Les excipients et le solvant éthanol peuvent aussi modifier légèrement les résultats.

À l'équivalence, les réactifs ont été introduits dans les proportions stoechiométriques de l'équation de la réaction support de titrage donc : $n_A = n_B$

$$n_A = c_B \times V_{BE}$$

On peut calculer la masse d'Ibuprofène® :

$$m_A = n_A \times M = c_B \times V_{BE} \times M$$

$$m_A = 0,10 \times 9,7 \times 206,3 = 200 \text{ mg}$$

Le comprimé n'est donc pas contrefait.