Activité expérimentale n° 4 – Titrage direct par suivi pH-métrique d'une solution de Destop

▶ Introduction

Le Destop est un produit utilisé notamment pour déboucher les canalisations. Il est constitué d'hydroxyde de sodium en solution aqueuse ($Na^+(aq)$,$HO^-(aq)$) à une concentration importante, d'ammoniaque en faible quantité et de colorants.

Le but est de **vérifier le titre massique** indiqué sur la bouteille en réalisant un titrage des ions hydroxyde présents dans le Destop par une solution d'acide chlorhydrique ($H_3O^+(aq)$,$Cl^-(aq)$).

Données :

- *Densité du Destop :* $d = 1,11$ *; masse volumique de l'eau :* $\rho_{eau} = 1,00\,g\cdot mL^{-1}$
- *Titre massique (pourcentage massique) en hydroxyde de sodium indiqué sur la bouteille :* $t_{m,réf} = 10\%$
- *Concentration de la solution titrante d'acide chlorhydrique :* $C_A = 2,00\times10^{-2}\,mol\cdot L^{-1}$
- *Masses molaires :* $M(Na) = 23\,g\cdot mol^{-1}$ $M(O) = 16\,g\cdot mol^{-1}$ $M(H) = 1,0\,g\cdot mol^{-1}$



FIGURE 1 – Destop commercial

✓ Savoirs et savoir-faire

Savoirs	Savoir-faire / capacités
• Principe d'un titrage direct par suivi pH-métrique. • Titre massique t_m d'une solution. • Méthodes des tangentes et différentielle pour déterminer le volume équivalent V_E. • Incertitude-type $u(t_m)$ et écart normalisé (z-score).	• Préparer une solution par dilution avec de la verrerie jaugée. • Suivre un titrage pH-métrique et tracer $pH = f(V_{versé})$. • Déterminer V_E par la méthode des tangentes et par la méthode différentielle. • Calculer une concentration, un titre massique et une incertitude-type. • Conclure sur la compatibilité d'une mesure à l'aide du z-score et identifier les sources d'erreur.

Évaluation par compétences. Deux compétences sont évaluées : **Réaliser** et **Valider**. Chaque question indique entre parenthèses la compétence concernée ; les critères de réussite sont donnés à la fin du sujet. Aucune note chiffrée n'est portée sur la copie. **Durée conseillée : 1 h 30.**

Appels au professeur. Deux appels sont *obligatoires* : ① avant de manipuler le Destop (validation du protocole, question 1) et ② avant le premier ajout d'acide (vérification du montage).

Coups de pouce. En cas de blocage, demandez une carte à l'enseignant : d'abord la carte **CP1** (un indice), puis si besoin la carte **CP2** (la méthode). Aucune carte ne donne la réponse. La carte remise est consignée : avec CP1, l'indicateur concerné compte **0,5** au lieu de 1 ; avec CP2, il compte **0**, mais vous poursuivez normalement. Les autres indicateurs ne sont pas touchés, et les appels ① et ② ne sont pas des coups de pouce.

Activité expérimentale n° 4 – Titrage direct par suivi pH-métrique d'une solution de Destop

Document 1 – Sécurité

Le Destop (soude à environ $2{,}8\,\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$) est une solution *corrosive* : elle provoque de graves brûlures de la peau et des lésions oculaires.

- Porter **blouse, lunettes de protection et gants** pendant toute la manipulation.
- Prélever le Destop uniquement avec une **propipette** (ne jamais pipeter à la bouche), au-dessus d'une cuvette.
- Pour diluer, introduire d'abord un peu d'eau distillée dans la fiole jaugée, puis le Destop, puis compléter jusqu'au trait de jauge.
- En cas de projection : rincer abondamment à l'eau pendant au moins 15 minutes et prévenir immédiatement le professeur.
- Déposer les restes de Destop concentré et de solution S_1 dans le récipient de récupération indiqué par le professeur.

Document 2 – Protocole du dosage pH-métrique

- Rincer puis remplir la burette avec la solution titrante d'acide chlorhydrique et ajuster le zéro.
- Prélever à la pipette jaugée un volume $V_B = 10{,}0\,\text{mL}$ de la solution diluée S_B à titrer et le verser dans un bécher. Ajouter environ 30 mL d'eau distillée (mesurée à l'éprouvette) afin que la sonde soit bien immergée ; cet ajout ne modifie pas la quantité de matière à titrer.
- Étalonner le pH-mètre à l'aide de solutions tampons $pH = 7$ et $pH = 10$.
- Agencer le dispositif de titrage et placer le contenu du bécher sous agitation.
- Disposer **délicatement** la sonde pH-métrique dans le bécher sans qu'elle ne touche le turbulent.
- **Appeler le professeur** (appel ②).
- Relever le pH pour des ajouts successifs de solution titrante, **millilitre par millilitre**, jusqu'à un volume total versé de 20,0 mL. Dans l'intervalle de ± 1 mL autour du volume équivalent attendu (question 4), réduire les ajouts à 0,2 mL. Si le pH varie brusquement avant cet intervalle, resserrer immédiatement les ajouts.
- Dans le tableur-grapheur (Regressi), entrer les valeurs de pH et de $V_{\text{versé}}$ et afficher $pH = f(V_{\text{versé}})$.
- Déterminer le volume V_E de solution titrante versé à l'équivalence (Document 3).

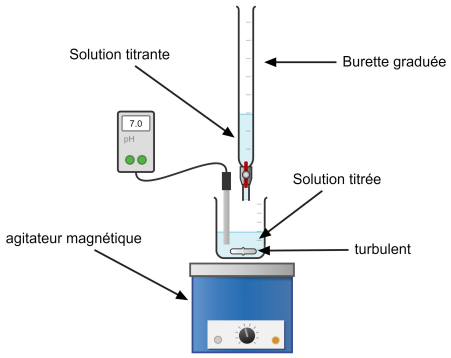


FIGURE 2 – Schéma du montage

Document 3 – Détermination du volume à l'équivalence V_E

Les deux figures ci-dessous sont des **exemples** obtenus pour un autre titrage d'une solution d'hydroxyde de sodium par de l'acide chlorhydrique : les valeurs numériques ne sont pas celles de votre expérience.

Activité expérimentale n° 4 – Titrage direct par suivi pH-métrique d'une solution de Destop

La méthode des tangentes

À partir du graphique $pH = f(V_{\text{versé}})$ imprimé, tracer une tangente à la courbe avant l'équivalence, puis une **droite parallèle** à cette tangente, tangente à la courbe après l'équivalence. Tracer ensuite une troisième droite parallèle, **à égale distance** des deux premières. Cette droite coupe la courbe au point d'équivalence de coordonnées (V_E, pH_E).

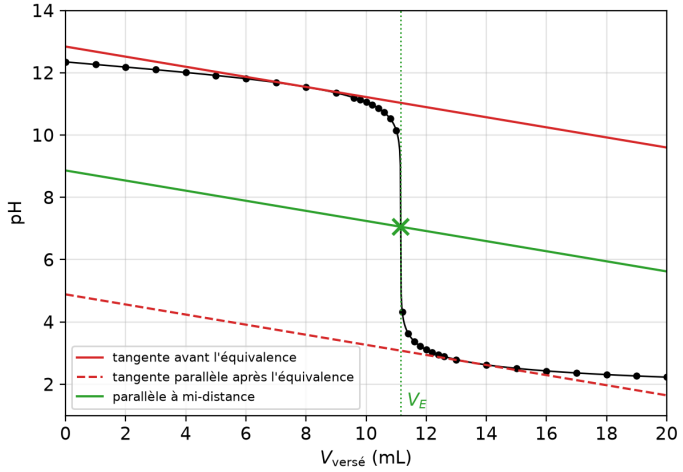


FIGURE 3 – Méthode des tangentes (exemple)

La méthode différentielle

Dans le tableur-grapheur, créer la grandeur « dérivée du pH par rapport au volume versé » et tracer $\frac{\mathrm{d}pH}{\mathrm{d}V_{\text{versé}}} = f(V_{\text{versé}})$. Le pH diminuant pendant ce titrage, la dérivée est négative : la valeur de V_E se lit à l'abscisse de l'**extremum** de la dérivée (ici un minimum).

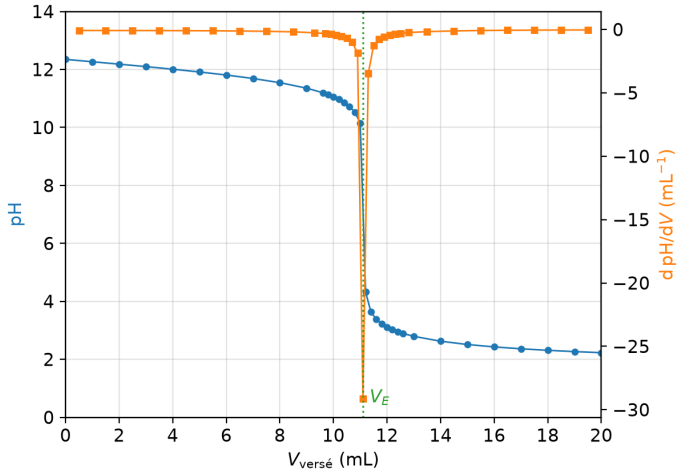


FIGURE 4 – Méthode différentielle (exemple)

Document 4 – Incertitudes

Dans les conditions de l'expérience, les incertitudes-types sont les suivantes :

$$u(C_A) = 6 \times 10^{-5}\,\text{mol}\cdot\text{L}^{-1} \qquad u(V_E) = 0{,}20\,\text{mL} \qquad \frac{u(F)}{F} = 0{,}2\,\%$$

où $F = 100$ est le facteur de dilution (l'incertitude de F, due aux deux dilutions successives par 10, est déjà calculée).

Pour un volume prélevé à la verrerie jaugée, l'incertitude-type se déduit de la tolérance indiquée sur la verrerie : $u(V) = \dfrac{\text{tolérance}}{\sqrt{3}}$.

Verrerie (classe A)	Tolérance
Pipette jaugée 10,0 mL	±0,02 mL
Fiole jaugée 100,0 mL	±0,10 mL

L'incertitude-type sur le titre massique t_m de la solution commerciale est :

$$u(t_m) = t_m \times \sqrt{\left(\frac{u(C_A)}{C_A}\right)^2 + \left(\frac{u(V_E)}{V_E}\right)^2 + \left(\frac{u(V_B)}{V_B}\right)^2 + \left(\frac{u(F)}{F}\right)^2}$$

Pour vérifier la compatibilité entre la valeur expérimentale t_m et la valeur de référence $t_{m,\text{réf}}$ (supposée exacte), on calcule l'écart normalisé (ou z-score) :

$$z = \frac{|t_{m,\text{réf}} - t_m|}{u(t_m)}$$

Si $z \leq 2$, les deux valeurs sont jugées compatibles.

Activité expérimentale n° 4 – Titrage direct par suivi pH-métrique d'une solution de Destop

Questions

Partie A – Préparer la solution à titrer

1. Pour que la solution soit titrable à la burette, il faut diluer le Destop 100 fois. Rédiger un protocole permettant de préparer 100 mL de solution S_B en procédant en **deux dilutions successives par 10** (solution intermédiaire S_1 puis S_B). Préciser les volumes prélevés et la verrerie, puis expliquer pourquoi cette méthode est préférable à un unique prélèvement de 1 mL. **Appeler le professeur** pour valider le protocole (appel ①). (RÉALISER)

2. Mettre en œuvre le protocole de la question 1 pour préparer la solution S_B, en respectant les consignes du Document 1. (RÉALISER)

Partie B – Préparer et réaliser le titrage

3. Écrire l'équation de la réaction support du titrage. Les ions sodium Na^+ et chlorure Cl^- sont spectateurs, et il se forme de l'eau lors de cette réaction. (RÉALISER)

4. *Prévision.* Si l'étiquette est exacte ($t_{m,\text{réf}} = 10\,\%$), calculer la concentration C_0 en hydroxyde de sodium du Destop, puis la concentration attendue C_B de S_B et enfin le volume équivalent V_E attendu pour le dosage de $V_B = 10{,}0\,\text{mL}$ de S_B par la solution d'acide chlorhydrique. En déduire l'intervalle dans lequel les ajouts doivent être réduits à 0,2 mL. (RÉALISER)

5. Mettre en œuvre le protocole du Document 2 et déterminer le volume équivalent V_E par les deux méthodes du Document 3 (méthode des **tangentes** sur le graphique imprimé, méthode **différentielle** sur le tableur-grapheur). (RÉALISER)

Partie C – Exploiter et valider le résultat

6. Comparer les deux valeurs de V_E obtenues. Sont-elles compatibles avec l'incertitude $u(V_E)$ donnée ? Retenir une valeur pour la suite et justifier ce choix. (VALIDER)

7. Exprimer puis calculer la concentration C_B en hydroxyde de sodium dans la solution S_B. En déduire la concentration C_0 du Destop. (RÉALISER)

8. Déterminer le titre massique t_m de la solution de Destop. (RÉALISER)

9. À l'aide du Document 4, calculer l'incertitude-type $u(t_m)$ (on commencera par calculer $u(V_B)$ puis les quatre incertitudes relatives), puis écrire le titre massique sous la forme d'un encadrement $t_m - u(t_m) \leq t_m \leq t_m + u(t_m)$. (VALIDER)

10. Le résultat est-il compatible avec la valeur de référence $t_{m,\text{réf}}$ indiquée sur l'étiquette ? Calculer le z-score et répondre à la question posée dans l'introduction par une phrase de conclusion. (VALIDER)

11. Quelles sont les sources d'erreur de cette expérience ? Citer au moins trois sources (matériel, protocole, produit), les classer en précisant celle qui contribue le plus à $u(t_m)$ d'après la question 9, et proposer une amélioration du protocole pour réduire $u(t_m)$. Le Destop contient aussi de l'ammoniaque : quelle influence cette espèce, qui est une base, peut-elle avoir sur la courbe de titrage et sur V_E ? (VALIDER)

Critères de réussite

Chaque indicateur est **acquis** (1 point), **acquis avec la carte CP1** (0,5) ou **non acquis / carte CP2** (0). Le niveau de maîtrise se déduit du total obtenu pour la compétence : **A** (très bonne maîtrise) ≥ 3,5 ; **B** (satisfaisante) ≥ 2,5 ; **C** (fragile) ≥ 1,5 ; **D** (insuffisante) < 1,5.

Compétence	Indicateurs
Réaliser Mettre en œuvre un protocole en sécurité ; effectuer des calculs.	R1. Protocole de dilution correct (volumes, verrerie jaugée adaptée, ordre des opérations) et dilution réalisée avec les bons gestes (q. 1-2). R2. Sécurité et gestes expérimentaux : équipements de protection, propipette, étalonnage du pH-mètre, sonde protégée, burette réglée (observation pendant la séance). R3. Titrage exploitable : pas resserré autour de V_E, courbe tracée, V_E déterminé par les deux méthodes (q. 5). R4. Calculs corrects, avec unités et chiffres significatifs : équation, prévision, C_B, C_0, t_m (q. 3, 4, 7 et 8).
Valider Exploiter des mesures, estimer une incertitude, comparer à une référence.	V1. Comparaison critique des deux valeurs de V_E et choix justifié (q. 6). V2. Calcul de $u(t_m)$ et encadrement corrects (q. 9). V3. Z-score calculé et conclusion argumentée qui répond à la question posée (q. 10). V4. Sources d'erreur pertinentes, hiérarchisées, avec une amélioration réaliste (q. 11).

Positionnement final (rempli par le professeur) :

Maîtrise / Compétence	 Maîtrise insuffisante	 Fragile	 Satisfaisante	 Très bonne maîtrise
Réaliser Mettre en œuvre un protocole expérimental en respectant les règles de sécurité ; effectuer des calculs.				
Valider Exploiter des mesures, estimer une incertitude, identifier des sources d'erreur, comparer à une valeur de référence.				