



## TP CH01 : Dosage des orthophosphates contenus dans l'eau du Dourduff

Les dosages colorimétriques sont perturbés par la présence de matières en suspension dans l'eau. Il est donc préférable de filtrer les échantillons d'eau avant les mesures, si possible sur entonnoir de Büchner avec un filtre en microfibrilles de verre si des matières en suspension sont visibles.

### Objectif

Mesurer la concentration en orthophosphates minéraux,  $\text{HPO}_4^{2-}$  et  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  dans un échantillon d'eau.

### Principe

On utilise un réactif (réactif molybdique) donnant un dérivé coloré avec les phosphates (complexe phosphomolybdique de couleur bleue). L'intensité de la coloration, mesurée par colorimétrie ou spectrophotométrie, est proportionnelle à la concentration en phosphates dans certaines conditions. La concentration du dérivé coloré est déterminée graphiquement à partir d'une droite d'étalonnage établie au préalable avec des concentrations connues en phosphates.

### Matériel

Colorimètre ou spectrophotomètre

Le cas échéant, fiole de filtration de Büchner branchée sur une trompe à vide

### Produits

- Phosphate monopotassique
- Acide sulfurique
- eau distillée
- Tartrate double d'antimoine et de potassium
- Molybdate d'ammonium
- Acide ascorbique



## Préparation des solutions

- **Solution stock de phosphates** ( $100 \text{ mg.L}^{-1}$ )  
Dissoudre 143.2 mg de phosphate monopotassique (desséché au préalable à l'étuve à  $100^\circ\text{C}$ ) dans 990 mL d'eau distillée.  
Acidifier la solution par 1 mL d'acide sulfurique à 20 %.  
Ajuster le volume à un litre avec de l'eau distillée.
- **Réactif des orthophosphates (réactif molybdique)**
  - Préparer au préalable les solution suivantes :
    - **Solution de tartrate :**  
Dissoudre 0.274 g de tartrate double d'antimoine et de potassium dans 100 mL d'eau distillée
    - **Solution d'acide sulfurique (20%)**

Acide sulfurique	100 mL
Eau distillée	400 mL
    - **Solution de molybdate d'ammonium** ( $40 \text{ g.L}^{-1}$ )
 

Molybdate d'ammonium	5 g
Eau distillée	120 mL
    - **Solution d'acide ascorbique** ( $20 \text{ g.L}^{-1}$ )
 

Acide ascorbique	<b>2 g</b>
eau distillée	100 mL
  - Préparation du réactif molybdique :
    - Solution d'acide sulfurique à 20% 400 mL
    - Solution de tartrate 40 mL
    - Solution de molybdate d'ammonium à  $40 \text{ g.L}^{-1}$  120 mL
    - Compléter à 800 mL avec de l'eau distillée
- **Solution de phosphates pour la construction de la droite étalon** ( $2 \text{ mg.L}^{-1}$ )  
A préparer extemporanément
  - Solution-stock à  $100 \text{ mg.L}^{-1}$  : 20 mL
  - Compléter à un litre avec de l'eau distillée

**L'orthophosphate réagit avec le molybdate en milieu acide pour former un complexe mixte phosphate/molybdate . Ensuite, l'acide ascorbique réduit le complexe, provoquant une forte coloration bleue de molybdène.**



**CHIMIE**  
**Évaluation des Compétences Expérimentales**  
**TP CH01 Dosage des orthophosphates contenus**  
**dans l'eau du Dourduff**

**ÉNONCÉ ET ÉVALUATION**

NOM :	Prénom :
-------	----------

**CONTEXTE DU SUJET**

Ce TP a pour objectifs :

- D'expliquer ou prévoir la couleur d'une espèce en solution à partir de son spectre UV-visible.
- De déterminer la concentration d'un soluté à partir de données expérimentales relatives à l'absorbance de solutions de concentrations connues.
- *De proposer et mettre en oeuvre un protocole pour réaliser une gamme étalon et déterminer la concentration d'une espèce colorée en solution par des mesures d'absorbance. Tester les limites d'utilisation du protocole.*

**1. Préparation de la gamme étalon**

On veut préparer 20 mL d'une solution à  $1 \text{ mg.L}^{-1}$  à partir d'une solution mère de concentration à  $2 \text{ mg.L}^{-1}$ .

1.1. Calculer le volume de solution mère à prélever pour préparer cette solution.

1.2. Calculer le volume d'eau à ajouter pour réaliser cette dilution. Pour rendre la solution colorée, on ajoutera après dilution 1 mL d'acide ascorbique et 4 mL de réactif molybdique.

1.3. Préciser la verrerie utilisée pour cette dilution.

1.4. Pour cette solution fille, introduire tout de suite le réactif molybdique et l'acide ascorbique selon les proportions du tableau ci-dessous, attendre environ 15 minutes pour voir apparaître la coloration (chronométrer le temps exact d'apparition de la couleur). Pendant ce temps de coloration répondre à la question 1.5.

1.5. Réaliser les dilutions indiquées dans le tableau à compléter.

Remarque importante : l'ajout du réactif molybdique et de la Solution d'acide ascorbique ne se fera qu'au moment de réaliser les manipulations de la partie 3.



Concentration en phosphate de la solution fille	0 mg.L <sup>-1</sup>	0.5 mg.L <sup>-1</sup>	1 mg.L <sup>-1</sup>	1.5 mg.L <sup>-1</sup>	2 mg.L <sup>-1</sup>
Solution étalon de phosphates à 2 mg.L <sup>-1</sup> (mL)					
Eau distillée (mL)					
Volume de solution fille préparée (mL)	20	20	20	20	20
Solution d'acide ascorbique (mL)	1	1	1	1	1
Réactif molybdique (mL)	4	4	4	4	4
Volume total des solutions préparées avec indicateur coloré (mL)	25	25	25	25	25

## 2. Mesures de concentration d'orthophosphate d'une eau naturelle

- Remplir cinq cuvettes standard de spectrophotomètre avec chacune des solutions à tester. Attendre 15 minutes.
- Régler la source lumineuse à la longueur d'onde choisie.
- Placer la cuve 0 mg.L<sup>-1</sup> dans l'emplacement prévu du spectrophotomètre.
- Régler le zéro d'absorbance.
- Enregistrer l'absorbance de chacune des cuves.
- Noter les résultats dans le tableau ci-dessous.
  - Construire la droite d'étalonnage (**absorbance = f [phosphate]**).
  - Introduire 20 mL de l'échantillon d'eau à mesurer dans un flacon. Ajuster le pH à 7 si nécessaire.
  - Ajouter 1 mL de la solution d'acide ascorbique et 4 mL de réactif molybdique.
  - Attendre 30 min, remplir une cuvette standard et mesurer l'absorbance.

Concentrations	0 mg.L <sup>-1</sup>	0,5 mg.L <sup>-1</sup>	1 mg.L <sup>-1</sup>	1,5 mg.L <sup>-1</sup>	2 mg.L <sup>-1</sup>
Absorbance					

Déterminer graphiquement la concentration en phosphate dans les échantillons prélevés.

## 3. Spectre d'absorption

On désire savoir à quelle longueur les solutions préparées absorbent le maximum d'énergie lumineuse.

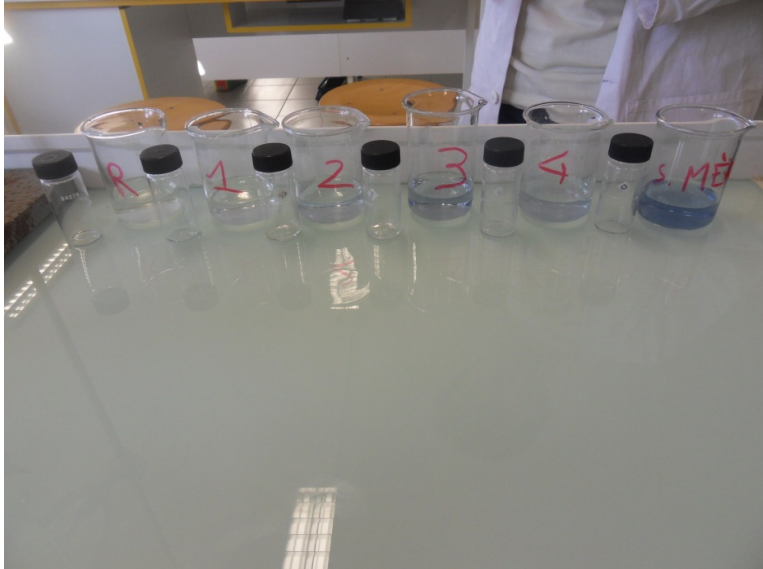
1. Remplir une cuvette standard de spectrophotomètre avec de l'eau distillée.
2. Allumer le spectrophotomètre :  
signal unique ; bouton  $\lambda$  ; afficher une longueur d'onde de 400 nm puis valider bouton « zéro »
3. Introduire la cuvette standard de spectrophotomètre avec la solution à 1 mg.L<sup>-1</sup> et lire la valeur d'absorbance à cette longueur d'onde.
4. Recommencer cette opération pour toutes les longueurs d'onde de 400 nm à 880 nm par pas de 20 nm.  
Tracer le graphe  $A = f(\lambda)$ .

### Questions

1. Pourquoi est-il nécessaire de faire le zéro d'absorbance pour chaque longueur d'onde ?
2. Quelles est l'allure du spectre obtenu ?
3. Préciser la valeur de longueur d'onde retenue pour réaliser la mesure d'une absorbance de solution d'orthophosphates. Justifier.



**D'après la norme SEQ-Eau l'eau du Dourduff est de bonne qualité (critère vert)**



*Préparation de la gamme étalon*



*Spectrophotomètre*



## LA NORME SEQ-EAU

Le Système d'Evaluation de la Qualité des cours d'eau (SEQ-Eau) est basé sur la notion d'altération, les paramètres de même nature ou de même effet étant regroupés en 15 altérations (figure 2).

Le SEQ-Eau fournit des évaluations concernant la qualité physico-chimique de l'eau pour chaque altération d'une part et l'incidence de cette qualité sur la biologie et les usages de l'eau d'autre part.

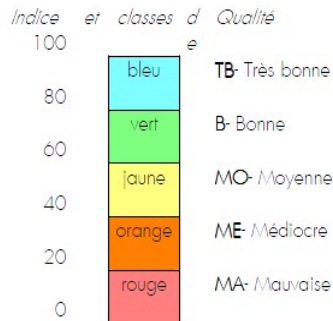
## Décrets, arrêtés, circulaires

### TEXTES GÉNÉRAUX

#### MINISTÈRE DE L'ÉCOLOGIE, DE L'ÉNERGIE, DU DÉVELOPPEMENT DURABLE ET DE LA MER, EN CHARGE DES TECHNOLOGIES VERTES ET DES NÉGOCIATIONS SUR LE CLIMAT

Arrêté du 25 janvier 2010 relatif aux méthodes et critères d'évaluation de l'état écologique, de l'état chimique et du potentiel écologique des eaux de surface pris en application des articles R. 212-10, R. 212-11 et R. 212-18 du code de l'environnement

3) La qualité de l'eau est décrite, pour chaque altération, avec un indice et 5 classes de qualité :



La classe "bleu" de référence, permet la vie aquatique attendue pour la rivière considérée, la production d'eau potable après une simple désinfection et les loisirs et sports aquatiques.

La classe "rouge" ne permet plus de satisfaire au moins l'un de ces deux usages ou les équilibres biologiques.


**Principaux paramètres**

Classe de qualité	Bleu	Vert	Jaune	Orange	Rouge
<b>Indice de qualité</b>	<b>80</b>	<b>60</b>	<b>40</b>	<b>20</b>	
<b>Matières org &amp; oxydables</b>					
Oxygène dissous (mg/l)	8	6	4	3	
DBO5 (mg/l O2)	3	6	10	25	
DCO (mg/l O2)	20	30	40	80	
KmnO4 (mg/lO2)	3	5	8	10	
COD (mg/l C)	5	7	10	12	
<b>Matières azotées</b>					
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> (mg/l-NH4)	0.1	0.5	2	5	
NKJ (mg/L N)	1	2	4	10	
NO2 (mg/l-NO2)	0.03	0.1	0.5	1	
<b>Nitrates</b>					
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (mg/L)	2	10	25	50	
<b>Matières phosphorées</b>					
Phosphore total (mg/l)	0.05	0.2	0.5	1	
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> (mg/L)	0.1	0.5	1	2	
<b>Particules en suspension</b>					
MES (mg/l)	5	25	38	50	
Turbidité (ntu)	2	35	70	105	
<b>Phytoplancton</b>					
Taux saturation en O2	110	130	150	200	
PH	8	8.5	9.0	9.5	
Chlorophylle a + phéopigments (mg/l)	10	60	120	240	

Classes et indices de qualité de l'eau douce pour quelques paramètres chimiques et microbiologiques


**1<sup>ère</sup>**

## Capacités expérimentales

### Chimie constitution et transformations de la matière

**Intitulé du TP :**

Capacités expérimentales	Acquis	En cours d'acquisition
Préparer une solution par dissolution ou par dilution en choisissant le matériel adapté.		
Réaliser le spectre d'absorption UV-visible d'une espèce chimique.		
Réaliser des mesures d'absorbance en s'aidant d'une notice.		
Mettre en oeuvre un test de reconnaissance pour identifier une espèce chimique.		
Mettre en oeuvre le protocole expérimental d'un titrage direct avec repérage colorimétrique de l'équivalence.		
Utiliser un logiciel de simulation et des modèles moléculaires pour visualiser la géométrie d'entités chimiques.		
Proposer et mettre en oeuvre un protocole d'extraction liquide-liquide d'une espèce chimique à partir de données de solubilité et de miscibilité.		
Mettre en oeuvre des dispositifs de chauffage à reflux et de distillation fractionnée		
Réaliser une filtration, un lavage pour isoler et purifier une espèce chimique.		
Réaliser une chromatographie sur couche mince.		
Mettre en oeuvre un dispositif pour estimer une température de changement d'état.		
Respecter les règles de sécurité préconisées lors de l'utilisation de produits chimiques et de verrerie.		
Respecter le mode d'élimination d'une espèce chimique ou d'un mélange pour minimiser l'impact sur l'environnement.		

ÉVALUATION				
Compétences	Niveaux validés			
	A	B	C	D
s'APProprier				
ANALyser				
RÉALiser				
VALider				
COMmuniquer				
<b>Note :</b>	<b>/20</b>			





**BACCALAURÉAT GÉNÉRAL sujet 40**

**TP CH01 : dilution**

Cettesituation d'évaluation fait partie de la banque nationale.

**ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT**

NOM :	Prénom :
Centre d'examen :	n° d'inscription :

Cettesituation d'évaluation comporte **cinq** pages sur lesquelles le candidat doit consigner ses réponses. Le candidat doit restituer ce document avant de sortir de la salle d'examen.

Le candidat doit agir en autonomie et faire preuve d'initiative tout au long de l'épreuve.

En cas de difficulté, le candidat peut solliciter l'examineur afin de lui permettre de continuer la tâche.

L'examineur peut intervenir à tout moment, s'il le juge utile.

L'usage de calculatrice avec mode examen actif est autorisé. L'usage de calculatrice sans mémoire « type collègue » est autorisé.

**CONTEXTE DE LA SITUATION D'ÉVALUATION**

L'alcool à 70° est un antiseptique et un désinfectant local à action rapide. Il détruit de nombreux micro-organismes (bactéries, virus, levures...).

Il est plus efficace et moins caustique que l'alcool à 90° qui lui peut assécher et brûler la peau.



Photo du site [www.labelleadresse.com](http://www.labelleadresse.com)

***Le but de cette épreuve est de préparer une solution d'alcool à 70° par dilution d'une solution d'alcool à 90°.***



## INFORMATIONS MISES À DISPOSITION DU CANDIDAT

### Informations sur la solution d'alcool à 90°

Le titre alcoométrique volumique (TAV), aussi appelé degré alcoolique, est le rapport entre le volume d'alcool pur (éthanol) contenu dans le mélange et le volume total de ce mélange, à la température de 20°C.

Il peut s'exprimer sous la forme d'un pourcentage volumique (%) ou degré (°) :

$$\% \text{ volumique} = \frac{\text{volume de soluté}}{\text{volume de la solution}} \times 100$$

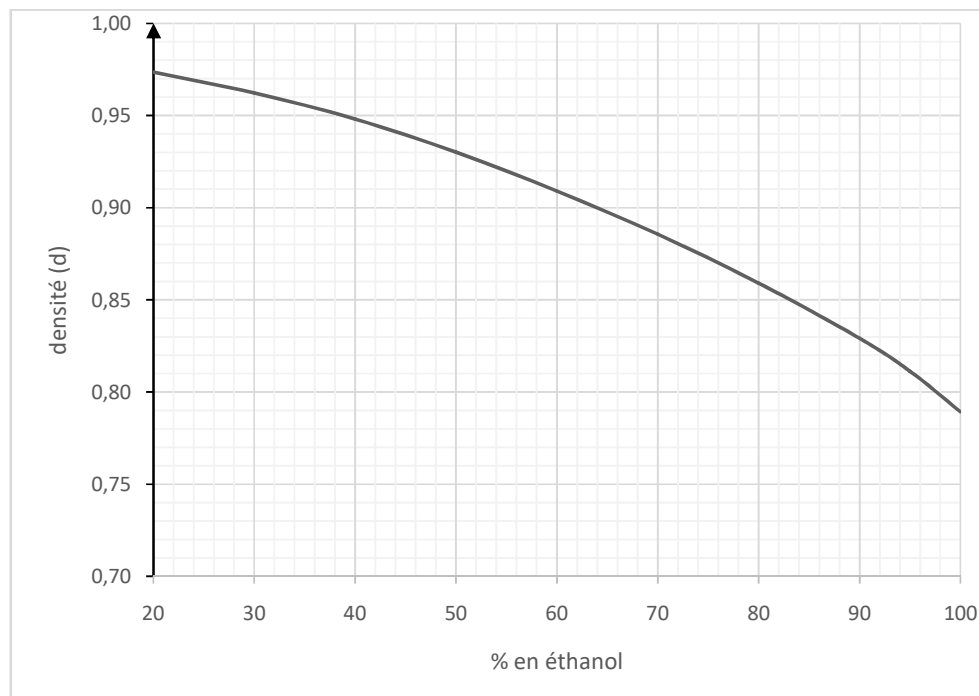
Par exemple, pour un alcool à 90° ou alcool à 90%, il y a 90 mL d'éthanol pur, dans 100 mL de solution.

Concentration en masse de l'éthanol dans la solution d'alcool à 90° :  $C_{m, \text{éthanol}} = 710 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ .

Densité de l'éthanol :  $d_{\text{éthanol}} = 0,789$

*D'après un site collaboratif*

### Graphique représentant la densité d'un mélange eau / éthanol en fonction de son pourcentage en volume d'éthanol à la température de 20°C



*D'après un site académique*

### Données utiles

**Masse volumique de l'eau** :  $\rho_{\text{eau}} = 1000 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$

Précision de la balance : masse donnée à  $\pm 0,1 \text{ g}$

Précision de la fiole jaugée :  $25,0 \text{ mL} \pm 0,04 \text{ mL}$

Précision de la burette : volume donné à  $\pm 0,03 \text{ mL}$

Précision de l'éprouvette graduée :  $25 \text{ mL} \pm 0,5 \text{ mL}$

Incertitude-type sur la masse volumique :

$$\frac{u(\rho)}{\rho} = \sqrt{\left(\frac{u(m_{\text{éthanol}})}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{\text{fiole}})}{V_{\text{fiole}}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_m)}{V_m}\right)^2}$$



**TRAVAIL À EFFECTUER**

**1. Choix du flacon qui correspond à la solution d'alcool à 90° (20 minutes conseillées)**

On dispose de deux flacons (notés A et B) qui contiennent des solutions d'alcool. Un des deux flacons contient de l'alcool à 90° et l'autre à une solution diluée d'alcool de degré inconnu.

1.1. Proposer un protocole pour déterminer, à l'aide du matériel à disposition, la masse volumique de chacune des deux solutions. Le choix du matériel devra être justifié.

.....

.....

.....

.....

.....



.....

.....

.....

.....

.....

APPEL n°1		
	<b>Appeler le professeur pour lui présenter le protocole ou en cas de difficulté</b>	

1.2. Mettre en œuvre le protocole proposé.



En déduire ensuite quel flacon contient l'alcool à 90° et déterminer le degré de l'alcool contenu dans l'autre flacon.

.....

.....

.....

.....

APPEL n°2		
	<b>Appeler le professeur pour lui présenter les résultats ou en cas de difficulté</b>	



**2. Calcul du volume de solution à utiliser pour réaliser la dilution**(20 minutes conseillées)

On souhaite préparer 25,0 mL d'alcool à 70° à partir d'une solution d'alcool à 90°.

À l'aide des informations données, déterminer dans un premier temps la masse d'éthanol  $m_{\text{éthanol}}$  qui devra être présente dans 25,0 mL de solution d'alcool à 70°.

En déduire le volume ( $V_m$ ) de solution mère (alcool à 90°) qu'il faudra prélever pour réaliser cette solution.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....



.....

.....

.....

.....

Résultats :  $m_{\text{éthanol}} = \dots\dots\dots$   $V_m = \dots\dots\dots$

<b>APPEL n°3</b>		
	<b>Appeler le professeur pour lui présenter les réponses ou en cas de difficulté</b>	

**3. Préparation de la solution diluée d'alcool**(20 minutes conseillées)

3.1. Mettre en œuvre le protocole expérimental suivant :

- Placer la fiole de 25 mL sur la balance pour déterminer sa masse.  $m_{i \text{ fiole}} = \dots\dots\dots$
- Remplir convenablement la burette avec la solution d'alcool à 90°.
- Introduire un volume  $V_m$  (résultat obtenu à la question précédente) d'alcool à 90° dans une fiole jaugée de 25 mL.
- Ajouter un peu d'eau distillée, agiter, compléter le niveau jusqu'au trait de jauge puis, homogénéiser.
- Peser à nouveau la fiole jaugée.  $m_{f \text{ fiole}} = \dots\dots\dots$
- Déterminer alors la masse volumique de la solution réalisée.

.....

.....

.....

.....

.....

Noter le résultat.  $\rho_{\text{expérimentale}} = \dots\dots\dots$



3.2. Calculer l'incertitude-type  $u(\rho)$  et le quotient  $\frac{|\rho_{\text{expérimentale}} - \rho_{\text{référence}}|}{u(\rho)}$ .

Commenter ce résultat.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

**Défaire le montage et ranger la pailasse avant de quitter la salle.**