

TP NIVEAU TS

DOSAGE SPECTROPHOTOMETRIQUE

OBJECTIFS DU TP :

- Comprendre et utiliser un spectrophotomètre
- Réaliser des dilutions
- Effectuer un dosage spectrophotométrique à partir d'une courbe d'étalonnage

COMPETENCES MISES EN JEU :

- Elaborer un protocole expérimental
- Exploiter un graphe
- Savoir exploiter des informations

TEMPS DISPONIBLE :

- 2h

DOCUMENTS MIS A DISPOSITION

- énoncé du TP avec fiches d'utilisation du spectrophotomètre
- fiche sécurité
- papier millimétré

DEROULEMENT DE LA SEANCE

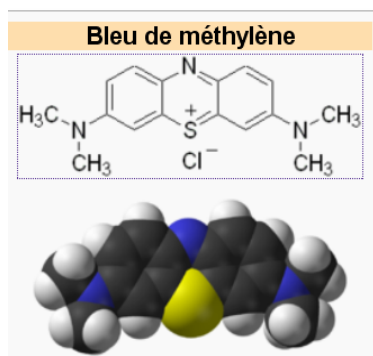
- laboratoires – ½ groupes – 10 paillasses
- Partie 1 : travail en groupe de 4 élèves – mise en commun des protocoles
- Partie 2 : réalisation expérimentale en groupe de 2 élèves
- Partie 3 : exploitation des résultats et analyse critique
- Le compte rendu est à rendre par chaque élève à la séance suivante.

ENONCE



Les **collyres** ou **gouttes ophtalmiques** sont des préparations pharmaceutiques destinées à une application ophtalmique. Ce sont des médicaments liquides ou semi-solides qu'on applique sur la conjonctive de l'œil. Les collyres ont une action locale et permettent de traiter les infections des yeux ou des paupières.

Source documents : wikipédia



Apparence	cristaux bleu foncé
Propriétés chimiques	
Formule brute	$C_{16}H_{18}ClN_3S$
Masse molaire	$319,8537 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ C 60,08%, H 5,67%, Cl 11,08%, N 13,14%, S 10,03%

http://www.parapascher.com/boutique/images_produits/966623_2.jpg

Le **bleu de méthylène** ou **chlorure de méthylthionium trihydraté** ($C_{16}H_{18}Cl N_3S, 3(H_2O)$) est un composé organique utilisé en médecine ou comme colorant.

C'est un excellent désinfectant mais aussi un antiseptique à faible action donc qui aura une action préventive contre les bactéries.

Il est présent dans le collyre « gouttes bleues »[®], sous forme **d'hydroxyde de méthylthionium**.

Il peut aussi servir d'antiseptique, notamment en aquariophilie, ou en traitement d'appoint des plaies superficielles (chez le cheval par exemple). Il est vendu en pharmacie, droguerie et magasin de produits chimiques.

Complété à partir de wikipédia

Problème :

Comment pourriez-vous connaître, à partir d'un dosage spectrophotométrique, la concentration en bleu de méthylène exprimée en $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ que contient une solution de ce collyre commercial ?

Feuille de recherche (2 colonnes - ¾ -1/4)

PARTIE 1 : 20 min

- En groupe de 4, expliquer simplement et qualitativement quel va être votre raisonnement pour trouver la concentration en bleu de méthylène de ce collyre.

Proposez ensuite oralement vos solutions à l'ensemble de la classe

PARTIE 2 : 80 min

- En groupe de 4, après avoir réfléchi, proposez vos hypothèses au professeur quant à la préparation de la gamme étalon et à l'utilisation du spectrophotomètre

Après validation du professeur, réalisez les expériences et les mesures

- Tracez sur papier millimétré le graphe représentant l'absorbance A en fonction de la concentration des solutions cComment sont qualifiées ces deux grandeurs ? quel est le nom de la loi de spectrophotométrie ainsi mise en évidence ?

PARTIE 3 : fin de séance

- Exploitez les résultats pour trouver la concentration en g.L^{-1} et en mol.L^{-1} en bleu de méthylène en solution.
- Quelle étape faut-il effectuer pour en déduire la concentration en g.L^{-1} du bleu de méthylène contenu dans le collyre ?
- Sachant que la précision du résultat est de l'ordre de 5 %, vérifier la concordance du résultat avec l'indication donnée sur l'étiquette du fabricant.

Informations

- L'espèce chimique qui absorbe la lumière dans le bleu de méthylène est le chlorure de méthylthioninium trihydraté ($M = 373,90 \text{ g.mol}^{-1}$).
- La masse molaire moléculaire de l'hydroxyde de méthylthioninium est égale à $301,35 \text{ g.mol}^{-1}$, on considèrera que cette espèce chimique a le même comportement vis-à-vis de l'absorption de la lumière que le chlorure de méthylthioninium trihydraté
- l'absorption maximale de ses deux espèces se situe à $\lambda_{\text{max}} = 660 \text{ nm}$ mais vous pouvez tracer le spectre d'absorption de l'espèce si vous le désirez pour la trouver.
- une solution mère S_0 de bleu de méthylène à $c_0 = 5 \text{ mg.L}^{-1}$ est à votre disposition
- une solution du collyre S_x diluée 100 fois de concentration c_x est à votre disposition
- tout le matériel nécessaire se trouve sur les paillasse ou sur celle du professeur
- Il est conseillé de donner des concentrations massiques en mg.L^{-1} ou g.L^{-1}
- Vous disposez d'un spectrophotomètre (étalonnage nécessaire avec réalisation d'un blanc) et de cuves adaptées à celui-ci. Pour des mesures d'absorbance, si vous gardez la même cuve, veillez à bien les rincer et à effectuer vos manipulations de la solution la moins concentrée vers la solution la plus concentrée.

Réglage du spectrophotomètre

- 1) Mettre sous tension, laisser dérouler le test ; « **ABS** » s'inscrit. Dans le cas contraire, déroulez le menu à l'aide du bouton **fonction** :
- 2) Appuyer sur le bouton « **O** » : une longueur d'onde s'affiche. Pour la modifier :
 - o Sélectionner le 1^{er} chiffre en appuyant sur le **2^{ième} bouton** ; il clignote ;
 - o Le modifier avec le **3^{ième} bouton**
 - o Sélectionner le 2^{ième} chiffre en appuyant sur le **1^{er} bouton** ; il clignote ;
 - o Le modifier avec le **3^{ième} bouton**
 - o Sélectionner le 3^{ième} chiffre en appuyant sur le **1^{er} bouton** ; il clignote ;
 - o Le modifier avec le **3^{ième} bouton**
- 3) Validez avec le bouton « **O** »
- 4) Placer la cuve contenant la solution de référence (le « Blanc ») dans son compartiment, fermer et tarer avec « **O** »
- 5) Placer la cuve contenant la solution dont on veut connaître l'absorbance dans son compartiment, fermer et faites la lecture de **A** .

Compte rendu

Dans votre compte rendu, qui sera construit selon les points ci-dessous, joindre votre feuille de recherche et préciser :

- votre résultat et votre critique du résultat.
- les différentes étapes commentées de votre raisonnement qui ont permis de répondre au problème (techniques, loi vérifiée...)
- les différentes expériences et calculs que vous avez réalisés et les précautions à prendre.
- l'exploitation des résultats expérimentaux (joindre le graphique correctement annoté et complété)
- Les difficultés rencontrées lors de la résolution de ce problème

N'hésitez pas à approfondir vos réponses à partir de vos connaissances ou de vos cours quand il y a lieu (Précision d'une loi par exemple...)

Fiche de sécurité - Bleu de méthylène

http://www.reptox.csst.qc.ca/Produit.asp?no_produit=20115&nom=Bleu+de+m%E9thyl%E8ne

Numéro CAS : 61-73-4

Identification

Formule moléculaire brute : $C_{16}H_{18}ClN_3S$

Principaux synonymes

Noms français :

- Bleu de méthylène
- Méthylène bleu
- Bleu de méthylène

Noms anglais :

- BLUE METHYLENE
- Methylene blue

Utilisation et sources d'émission

Agent antiseptique, agent de dosage analytique

Hygiène et sécurité

Apparence : Solide poudreux, vert, inodore

Propriétés physiques

État physique : Solide

Masse moléculaire : 319,86

Solubilité dans l'eau : 40,00 g/L à 20 °C

Prévention

Manipulation : Ne pas manger et ne pas boire pendant l'utilisation. Porter un appareil de protection des yeux.

Entreposage

Conserver à l'abri des matières oxydantes et des bases.

Conserver à l'abri des acides.

Conserver dans un endroit sombre, à l'abri des matières réductrices.

Fuites

Ramasser les déchets et mettre à la poubelle..

Premiers secours

Rincer abondamment les yeux avec de l'eau et consulter un médecin.

En cas d'inhalation des vapeurs ou des poussières, amener la personne dans un endroit aéré. Si elle ne respire pas, lui donner la respiration artificielle. Appeler un médecin.

En cas d'ingestion, faire vomir la personne si elle est consciente. Appeler un médecin.

Rincer la peau avec beaucoup d'eau.

BILAN

- Ce TP permet
 - o de mettre en œuvre une méthode de dosage par étalonnage basé sur un phénomène physique et permet de vérifier que la loi de Beer-Lambert reste applicable dans la gamme des concentrations proposées.
 - o de réinvestir les savoirs et savoir-faire expérimentaux en ce qui concerne les dilutions et les calculs associés.

- Le découpage de la séance en plusieurs temps indicatifs * permet de bien délimiter les différentes étapes du raisonnement pour les étudiants :
 - o **Dans la partie 1** : on s'intéresse à la bonne appropriation du problème par les étudiants en faisant préciser d'où on part, par quel raisonnement on va devoir passer pour atteindre l'objectif final. La phase de mise en commun permet de recadrer les groupes et de les mettre en situation de réussite pour la suite.
 - o **Dans la partie 2** : le professeur, à l'appel et aux questions des étudiants, affine et apporte des précisions (dans la colonne (1/4- qui lui est réservée)) au mode opératoire, valide les expériences à effectuer, re-apporte des précisions quant aux savoirs faire expérimentaux sur les dilutions, le spectrophotomètre etc...
 - o **La partie 3** est laissée en autonomie aux étudiants pour l'exploitation

- La feuille de recherche constitue la base de travail pour l'étudiant pour rédiger son compte rendu relevé lors de la prochaine séance.

** Les indications de temps sont données à titre indicatif mais constituent un repère pour le professeur. Il ne faudrait pas que la partie 3 soit éludée et le professeur doit veiller à ce que les étudiants aient notés la valeur indiquée sur l'étiquette du collyre et aient mesuré son absorbance pour qu'ils aient tous les éléments de réflexion pour le compte rendu.*

CONCLUSION :

- Le scénario de ce TP
 - o laisse peu de place au protocole classique rencontré habituellement.
 - o A été tourné vers un produit du quotidien que peuvent rencontrer les étudiants : un collyre
- Il permet de réinvestir les savoirs et savoirs faire :
 - o Dans la fabrication de solutions par dilution
 - o en matière de spectrophotométrie vus dans les TP précédents notamment en début d'année lors d'un suivi spectrophotométrique d'une transformation.

BIBLIOGRAPHIE

- Transformé et inspiré d'un protocole présent dans « Travaux pratiques de physique et de chimie – Bordas 2003 » Olivier Buridant – Frédéric Ducrocq – Gérard Gomez – André et Michèle Margarit - Jean-Louis Maurin – Gisèle Naglick – Fabien Pelt – Patrick Rives – ISBN 2-04-729706-0