

Partie X3 - EFFECTUER DES CONTROLES DE QUALITE

Tp X5 - DOSAGE SPECTROPHOTOMETRIQUE PAR ETALONNAGE.

Atelier 1. DETERMINER LE MAXIMUM D'ABSORPTION

Au cours de ce Tp il nous sera demandé de choisir une longueur d'onde d'étude. Pour y répondre on va tracer la courbe $A = f(\lambda)$. Le professeur dispose d'une solution de bleu de méthylène de concentration massique $t = 15 \text{ mg/L}$. Il remplit la cuve avec cette solution et mesure, à l'aide du spectrophotomètre l'absorbance A de la solution placée dans la cuve pour diverses longueurs d'onde λ de la lumière envoyée sur cette cuve. On fait donc varier pour une même concentration, la valeur de la longueur d'onde λ entre 400 nm et 700 nm. On trace ainsi $A = f(\lambda)$.

1. A partir de cette courbe, justifiez le choix dans la suite du Tp de la longueur d'onde $\lambda = 633 \text{ nm}$

Atelier 2. DETERMINER LA CONCENTRATION D'UNE SOLUTION.

Le bleu de méthylène est contenu dans le collyre LAITER. On se propose dans cet atelier de tracer une courbe d'étalonnage à l'aide d'un spectrophotomètre afin d'utiliser cet appareil pour déterminer le titre de la solution S_0 de collyre.

1. ECHELLE DE TEINTE.

A l'aide de la solution S_0 «mère» de bleu de méthylène de concentration massique $t_0 = 5,0 \text{ mg/L}$, on va préparer les cinq solutions diluées étalons S de volume $V = 25,0 \text{ mL}$ et de concentration massique t repartie dans le tableau ci-dessous.

2. Proposer un protocole pour préparer la solution fille S . Bien détailler les calculs éventuels pour préparer la solution S . Complétez alors les 3^{ème} et 4^{ème} lignes du tableau.

Solution	S_0	S_1	S_2	S_3	S_4	S_5
Concentration massique (mg/L)	5,0	3,0	1,0	0,5
Volume $V_{\text{Mère Prélevée}}$ (mL) de la solution mère à prélever	20	10
Volume V_{Eau} (mL) d'eau à ajouter pour compléter	5	15
Absorbance A

3. Réaliser la préparation des solutions filles. Transvaser les solutions dans cinq tubes à essais. Rassembler les tubes à essais sur un porte tubes. On réalise, à l'aide des 5 solutions préparées (+ la solution mère), une échelle de teinte.

2. LA COURBE D'ETALONNAGE.

Mode opératoire.

a°) Lancer Latis sur votre bureau. Il est important de cliquer lorsque le logiciel s'est ouvert pour faire disparaître le logo Latis et permettre à l'interface de détecter la sonde colorimètre.

b°) Effectuer l'étalonnage du colorimètre (dans la fenêtre «Procédure d'étalonnage» qui apparaît à l'écran):

- Positionner le selecteur rotatif sur la longueur d'onde choisie (voir la partie préliminaire)
- Insérer une cuve contenant de l'eau déminéralisée dans le porte-cuve.
- Couvrir avec le capot noir
- Régler à l'aide du bouton «Réglage du blanc» pour obtenir une valeur affichée de 100% de transmission
- Valider le réglage en cliquant sur «Terminer».

c°) Effectuer maintenant le réglage du logiciel. Dans la fenêtre «Acquisition» (bord gauche de l'écran):

- Sélectionner l'onglet «Pas à pas»
- Pour abscisse du clavier introduire Nom: concentration massique et dans Unité choisir dans l'ascenseur l'unité g/L.
- Appuyer sur la touche F10 une fenêtre affiche la valeur de l'absorbance.
- Remplissez la cuve avec une des solutions filles et mesurez, à l'aide du spectrophotomètre relié à Latispro, l'absorbance A de la solution que vous avez placée dans la cuve. On prend la valeur avec deux chiffres après la virgule.
- Reproduire cette opération pour les 6 solutions à disposition et complétez la dernière ligne du tableau en début de page.

4. A l'aide de ces mesures, tracez alors la courbe $A = f(\text{Conc massique})$. Justifier, à partir de la courbe, que les grandeurs portées sur le graphe sont liées par une relation de la forme $A = k \cdot \text{Conc massique}$. Déterminez la valeur du coefficient directeur k de la courbe obtenue. On gardera «précieusement» cette valeur en mémoire.

3. UNE APPLICATION: DETERMINATION DE LA CONCENTRATION INCONNUE.

La notice du collyre indique hydroxyde de méthylthionium : 200 mg/L. Le bleu de méthylène est constitué de chlorure de méthylthionium.

5. Compte-tenu de l'indication sur l'emballage, quelle dilution doit-on réaliser sur le collyre pour se trouver dans la plage d'étalonnage ?

- La dilution a déjà été effectuée par les laborantines d'un facteur 100. Placez la solution de collyre diluée dans votre cuve et mesurez son absorbance.

7. Déduisez-en (par le calcul, exploitation du graphe ou du tableau de mesures) la concentration de la solution diluée puis celle de la solution pharmaceutique en bleu de méthylène.