

# 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  $\lambda$  de la lumière envoyée sur cette cuve. On fait donc varier pour une même concentration, la valeur de la longueur d'onde  $\lambda$  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  $t$  repertoriée 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<sup>ème</sup> et 4<sup>ème</sup> 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 $V_{\text{MèrePrélevée}}$ (mL) de la solution mère à prélever	<del>.....</del>	20	.....	10	.....	.....
Volume $V_{\text{Eau}}$ (mL) d'eau à ajouter pour compléter	<del>.....</del>	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 est effacée. Le bleu de méthylène est constitué de chlorure de méthylthioninium.

5. Donner le protocole pour préparer 1 L de la solution fille diluée d'un facteur 100. Vous disposez de tout le matériel nécessaire.

- 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.

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