

fournies par Pierre Goudet

❖ **Fiche n°0 : liste de matériel destinée aux professeurs et au personnel de laboratoire**

Sujet : Dosage des ions chlorure par la méthode de CHARPENTIER VOLHARD dans un filtrat issu d'un lait

Pour un poste de travail

- 200 mL de filtrat d'un lait obtenu par défécation
- 100 mL de thiocyanate de potassium à 10^{-1} mol.L⁻¹
- solution d'alun ferrique (sulfate de fer (III) et d'ammonium : solution saturée)
- 50 mL acide nitrique concentré (sous la hotte)
- 50 mL de nitrate d'argent à 10^{-1} mol.L⁻¹
- fiole jaugée de 50 mL
- pipettes jaugées de 10 et 50 mL
- pipettes graduées de 2 mL et de 1 mL
- burette
- 6 béchers
- pissette d'eau distillée
- plaque chauffante ou dispositif de chauffage
- Agitateur magnétique + barreau aimanté
- essuie-tout
- 2 erlenmeyers de 250 mL
- éprouvette graduée de 50 mL
- gant de protection thermique et lunettes de sécurité
- propipette
- lunettes
- Récupérateur de déchets

Indication : réaliser l'épreuve dans une salle équipée d'une hotte où l'on disposera l'acide nitrique ainsi que le matériel de sécurité nécessaire (lunettes obligatoires ; gants si les élèves le souhaitent)

On signalera en début d'épreuve aux élèves que normalement on devrait réaliser 2 dosages. En raison de la longueur du TP, les élèves devront réaliser un **dosage unique et précis avec une seule descente de burette**. Dans le cas d'une erreur de manipulation, l'examineur fournira au candidat une valeur de chute de burette lui permettant de poursuivre les calculs (voir fiche n°3 bis : intervention de l'examineur).

Prévoir un poste de travail supplémentaire

Numéroter clairement les postes de 1 à 8

Défécation du lait :

Dans une fiole jaugée de 1 litre, introduire :

- ♦ 100 mL de lait UHT demi-écrémé
- ♦ 10 mL de solution d'hexacyanoferrate (II) de potassium, 3 H₂O à 15%
- ♦ 10 mL de solution d'éthanoate de zinc, 2 H₂O à 15%

Mélanger.

Compléter à 1 litre d'eau déminéralisée et ajouter 10 mL d'eau déminéralisée.

Laisser décanter un quart d'heure puis filtrer pour obtenir un filtrat limpide.

Faire un essai préalable sur le filtrat préparé et donner la chute de burette attendue à l'examineur

Sujet : Dosage des ions chlorure par la méthode de CHARPENTIER VOLHARD dans un filtrat issu d'un lait

❖ But de la manipulation

Déterminer la concentration molaire en ions chlorure d'un filtrat obtenu par défécation d'un lait. On réalisera ce dosage selon la méthode de Charpentier Volhard.

❖ Principe

Vous disposez d'un filtrat obtenu par défécation d'un lait. Cette opération préalable permet d'obtenir un filtrat limpide dépourvu de protéines et de matières grasses.

Les ions argent Ag^+ sont mis en excès. Ils réagissent dans un premier temps avec les ions chlorure Cl^- du filtrat. Les ions argent en excès sont dosés par les ions thiocyanate SCN^- . Quand tous les ions argent auront été consommés par les ions thiocyanate, le thiocyanate réagira avec les ions Fe^{3+} (ferIII) d'une solution d'alun ferrique pour donner un complexe rouge $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$, indicateur de fin de réaction.

Normalement on devrait réaliser 2 essais (1 rapide et 1 précis). En raison de la longueur du TP, les candidats sont invités à réaliser un dosage unique et précis.

❖ Manipulation

➤ Première étape

!!! Préparer le matériel pour les différents prélèvement et appeler l'examineur

Introduire dans un erlenmeyer de 250 mL :

- ☐ 50 mL exactement de filtrat
- ☐ 1 mL de solution d'acide nitrique (le prélèvement aura lieu sous la hotte avec le matériel de sécurité)
- ☐ 10 mL exactement de solution de nitrate d'argent à $10^{-1} \text{ mol.L}^{-1}$.

➤ Deuxième étape

- ☐ Chauffer doucement en agitant afin que le précipité de chlorure d'argent AgCl s'agglomère.
- ☐ Laisser refroidir
- ☐ Ajouter quelques mL d'alun ferrique

➤ Troisième étape

Introduire dans la burette la solution de thiocyanate de potassium de concentration $10^{-1} \text{ mol.L}^{-1}$.

!!! Appeler l'examineur - Le dosage aura lieu en présence de l'examineur

Réaliser le dosage.

❖ Exploitation de l'expérience

A l'aide des informations fournies sur la fiche N°1, répondre sur la fiche n°2

Le candidat doit restituer ce document en sortant de la salle

Fiche n°2 : document réponse du candidat

**Sujet : Dosage des ions chlorure par la méthode de CHARPENTIER
VOLHARD dans un filtrat issu d'un lait**

CANDIDAT NOM : Prénom :	N°poste :
--	------------------

1. Principe

1.1. Écrire l'équation de la réaction entre les ions chlorure et les ions argent. (1 pt)

1.2. Ecrire l'équation de la réaction entre les ions thiocyanate et les ions argent. (1 pt)

2. Mode opératoire :

Réaliser le schéma légendé du montage du dosage réalisé. (1 pt)

Noter le volume de solution de thiocyanate de potassium versé à l'équivalence.(1 pt)

Volume de solution thiocyanate de potassium (en mL)	
--	--

3. Calculs et résultats :

- 3.1. Calculer la quantité de matière initiale n_1 d'ions argent présents dans l'erenmeyer. (1 pt)
- 3.2. Calculer la quantité de matière de l'ion thiocyanate versé n_{SCN^-} . (1 pt)
- 3.3 Donner la relation qui existe entre la quantité de matière des ions argent en excès n_2 et la quantité de matière des ions thiocyanate n_{SCN^-} versée à l'équivalence. (1 pt)
- 3.4. Calculer la quantité de matière des ions argent n_2 en excès. (1 pt)
- 3.5. En déduire la quantité de matière de chlorure n_{Cl^-} contenue dans le filtrat. (1 pt)
- 3.6. Déterminer la concentration molaire en ions chlorure dans le filtrat. (1 pt)

le candidat doit restituer ce document en sortant de la salle

fiche n°3 : grille d'évaluation

CANDIDAT NOM : Prénom :	N°poste :
--	------------------

Partie écrite			
Réponses attendues	Critères	Points	candidat
1. Principe			
➤ équation équilibrée avec →	Exactitude	1	
➤ équation équilibrée avec →	Exactitude	1	
2. Mode opératoire			
➤ Schéma	Schéma propre	0,5	
	Légendes (matériel et produits)	0,5	
➤ Volume équivalent	Exactitude ($\pm 5\%$)	1	
3. Calculs et résultats			
➤ n_1	0,5 si pas d'unité	1	
➤ n_{SCN^-}	0,5 si pas d'unité	1	
➤ $n_2 = n_{SCN^-}$	Notation 0 ou 1	1	
➤ n_2	0,5 si pas d'unité	1	
➤ n_{Cl^-}	0,5 si pas d'unité	1	
➤ Concentration molaire	0,5 si pas d'unité	1	
	total	10	

Partie pratique			
Réponses attendues	Critères	Points	candidat
Préparation de l'échantillon	Choix de la verrerie appropriée à une tâche fixée Utilisation correcte ; sécurité	3	
Burette	Rinçage Préparation Fond blanc	2,5	
Dosage	Gestes Lecture	3	
Organisation- sécurité	Repérage des solutions Gestion plan de travail Propreté, soin	1,5	
Minoration pour aide des examinateurs (à leur initiative ou à la demande du candidat)	Maxi 2 points		
	Total	10	

Appréciation générale

fiche n°3 bis : grille d'observation destinée à l'examinateur

évaluation de la partie pratique

Sujet : Dosage des ions chlorure par la méthode de CHARPENTIER VOLHARD dans un filtrat issu d'un lait

Partie pratique : grille d'évaluation pour le suivi de 4 postes		Poste 1	Poste 2	Poste 3	Poste 4
	NOM				
	Prénom				
PREPARATION DE L'ECHANTILLON		3 points			
Rinçage de la pipette ou de la fiole avec le filtrat					
Prélèvement de 50 mL de filtrat avec pipette ou fiole (entraînement complet du filtrat)					
Ajustage au trait de jauge					
Choix de la pipette jaugée de 10 mL pour les ions argent					
Rinçage avec du nitrate d'argent					
Utilisation de la pipette					
Choix de la pipette graduée pour l'acide nitrique					
Sécurité pour l'utilisation de l'acide nitrique					
BURETTE		2,5 points			
Rinçage de la burette avec un peu de thiocyanate de potassium					
Ajustage au zéro (Quel repère utilise le candidat ?)					
Absence de bulle					
DOSAGE		3 POINTS			
Réalisation du dosage					
Lecture correcte de l'équivalence : noter le volume					
Appréciation du virage- Fond blanc					
Organisation de la paillasse		1,5 point			
Repérage correct des solutions					
Zone de travail bien dégagée					
Flacons rebouchés, propreté, soin					
Rangement paillasse					
Intervention de l'examineur de sa propre initiative ou à la demande de l'élève (retrait maximum de 2 points)					
Sous total de la partie pratique		/10 pts	/10 pts	/10 pts	/10 pts