

BACCALURÉAT SÉRIE S**Épreuve de PHYSIQUE CHIMIE
Évaluation des Compétences Expérimentales****Sommaire**

I. DESCRIPTIF DU SUJET DESTINÉ AUX ÉVALUATEURS	2
II. LISTE DE MATÉRIEL DESTINÉE AUX ÉVALUATEURS ET AUX PERSONNELS DE LABORATOIRE	3
III. ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT	4
1. Proposition de la gamme d'étalonnage (30 minutes conseillées).....	7
2. Dosage du diiode (20 minutes conseillées)	7
3. Détermination de la concentration en diiode (10 minutes conseillées).....	8

I. DESCRIPTIF DU SUJET DESTINÉ AUX ÉVALUATEURS

Tâches à réaliser par le candidat	<p>Dans ce sujet, le candidat doit :</p> <ul style="list-style-type: none"> • proposer une gamme d'étalonnage ; • préparer la solution à analyser ; • mesurer des absorbances ; • tracer une droite d'étalonnage $A = f(C)$; • déduire la concentration inconnue ; • vérifier l'indication de l'étiquette.
Compétences évaluées Coefficients respectifs	<ul style="list-style-type: none"> • s'Approprier (APP) : coefficient 3 • Réaliser (RÉA) : coefficient 2 • Valider (VAL) : coefficient 1
Préparation du poste de travail	<p><u>Précautions de sécurité</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • prévoir un bidon de récupération du diode. <p><u>Avant le début des épreuves</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • brancher le spectrophotomètre. <p><u>Entre les prestations de deux candidats</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • changer les cuves de spectrophotomètre, la verrerie utilisée ; • dérégler le spectrophotomètre ; • effacer la courbe précédente. <p><u>Prévoir aussi :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • les solutions de la gamme d'étalonnage à fournir après l'appel n°1 à tous les candidats. • une courbe d'étalonnage $A = f(C)$ sur clé USB, à préparer.
Déroulement de l'épreuve. Gestion des différents appels.	<p><u>Minutage conseillé</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • Proposition de la gamme d'étalonnage (30 minutes) • Dosage du diode (20 minutes) • Détermination de la concentration en diode (10 minutes) <p><u>Il est prévu 2 appels obligatoires et un appel facultatif de la part du candidat.</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • Lors de l'appel n°1, l'évaluateur vérifie le choix des volumes de solution mère à prélever pour préparer les solutions filles de la gamme d'étalonnage. Une gamme est ensuite fournie au candidat. • Lors de l'appel n°2, l'évaluateur vérifie la préparation de la solution à analyser, les mesures d'absorbance, l'utilisation de l'outil informatique. <p>Le reste du temps, l'évaluateur observe le candidat en continu.</p>
Remarques	<p>Les fiches II et III sont à adapter en fonction du matériel utilisé par les candidats au cours de l'année.</p> <p><u>Autres remarques éventuelles</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • Les concentrations des solutions de la gamme d'étalonnage peuvent être adaptées en fonction du matériel, tant que l'on garde le même ordre de grandeur. • La longueur d'onde de 600 nm peut être légèrement adaptée en fonction du matériel. • Le candidat n'a pas à réaliser la gamme d'étalonnage, elle lui est fournie après l'appel 1.

II. LISTE DE MATÉRIEL DESTINÉE AUX ÉVALUATEURS ET AUX PERSONNELS DE LABORATOIRE

La version modifiable de l'ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT jointe à la version .pdf vous permettra d'adapter le sujet à votre matériel. Cette adaptation ne devra entraîner EN AUCUN CAS de modifications dans le déroulement de l'évaluation

Paillasse candidats

- une calculatrice type « collègue » ou un ordinateur avec fonction « calculatrice »
- un spectrophotomètre UV-visible et sa notice d'utilisation
- une fiole de 50,0 mL
- une fiole de 100,0 mL
- pipettes jaugées : une de 1,0 mL, une de 2,0 mL, une de 5,0 mL, une 10,0 mL, une de 20,0 mL, une de 25,0 mL
- cinq béchers de 50 mL
- deux béchers de 100 mL
- sept cuves pour spectrophotomètre
- pipettes plastique
- une poire à pipeter ou pipeteur
- une éprouvette de 50 mL
- une éprouvette de 10 mL
- un flacon contenant une solution de Bétadine® commerciale : 20 mL
- lunettes
- gants
- un flacon d'eau distillée
- un ordinateur équipé d'un logiciel tableur-grapheur et sa notice d'utilisation

Paillasse professeur

- Solution étalon de diiode (E) à $C_E = 0,0800 \text{ mol.L}^{-1}$ (exacte) : 200 mL pour préparer les solutions de la gamme d'étalonnage
- Solutions de la gamme d'étalonnage préparées à partir de la solution étalon :
 - $C_1 = 8,00 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$ (5,0 mL de solution (E) dans une fiole de 50,0 mL) étiquetée « solution de diiode à la concentration $C_1 = 8,00 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$ »
 - $C_2 = 1,60 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ (10,0 mL de solution (E) dans une fiole de 50,0 mL) étiquetée « solution de diiode à la concentration $C_2 = 1,60 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ »
 - $C_3 = 2,40 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ (15,0 mL de solution (E) dans une fiole de 50,0 mL) étiquetée « solution de diiode à la concentration $C_3 = 2,40 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ »
 - $C_4 = 3,20 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ (20,0 mL de solution (E) dans une fiole de 50,0 mL) étiquetée « solution de diiode à la concentration $C_4 = 3,20 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ »
 - $C_5 = 4,00 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ (25,0 mL de solution (E) dans une fiole de 50,0 mL) étiquetée « solution de diiode à la concentration $C_5 = 4,00 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ »

Protocole à suivre pour la préparation de 200 mL de la solution de diiode à $C_E = 0,0800 \text{ mol.L}^{-1}$

Il est conseillé de travailler sous hotte.

Peser 4,06 g de I_2 et 8,8 g de KI. Les introduire dans un bécher avec environ 50 mL d'eau. Laisser sous vive agitation pendant au moins 10 minutes en couvrant le bécher avec un verre de montre. Verser ensuite dans une fiole jaugée de 200 mL et compléter avec de l'eau distillée.

Documents mis à disposition des candidats

- Notice d'utilisation simplifiée du spectrophotomètre
- Notice d'utilisation simplifiée du logiciel-tableur

III. ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT

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

Ce sujet comporte **six** 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'utilisation d'une calculatrice ou d'un ordinateur autres que ceux fournis n'est pas autorisée.

CONTEXTE DU SUJET

Une personne retrouve dans son armoire à pharmacie, un flacon de Bétadine® dont l'étiquette est partiellement effacée. Elle se pose la question de savoir si ce flacon contient encore suffisamment de substance active pour remplir ses fonctions antiseptiques.

La Bétadine® est un antiseptique dermatologique. Son principe actif est le diiode I_2 qui élimine les micro-organismes ou inactive les virus par son action oxydante.

Le diiode est une espèce colorée, de couleur jaune/brun.



Le but de cette épreuve est de contrôler la qualité d'une solution de Bétadine®, par une méthode de dosage par étalonnage.

DOCUMENTS MIS À DISPOSITION DU CANDIDAT

Document 1 : Étiquette d'une solution de Bétadine®

Substance active : diiode à 10% en masse

Excipients : glycérol, macrogoléther laurique, phosphate disodique dihydraté, acide citrique monohydraté, hydroxyde de sodium, eau purifiée

Densité : $d = 1,01$

Document 2 : Limite de détection – Limite de quantification

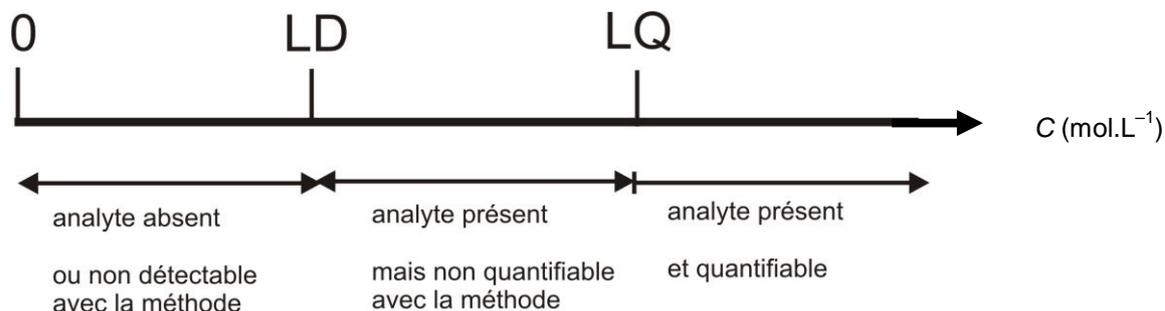
Lorsqu'on réalise une analyse, il peut être intéressant de connaître la plus petite valeur pour laquelle le signal relevé est différent du blanc. Cette caractéristique s'appelle "*Limite de Détection*" (notée LD).

La limite de détection est donc la plus petite concentration pouvant être détectée mais non quantifiée dans les conditions expérimentales décrites de la méthode.

Le blanc est la valeur résiduelle mesurée en l'absence d'espèce chimique.

À partir de la limite de détection, on est donc sûr, de la présence de l'espèce analysée (analyte). Ce n'est qu'à partir de la "*Limite de Quantification*" (notée LQ) que l'on peut connaître la concentration de la substance avec une confiance acceptable.

La limite de quantification est la plus petite concentration pouvant être quantifiée avec une confiance acceptable dans les conditions expérimentales décrites de la méthode.

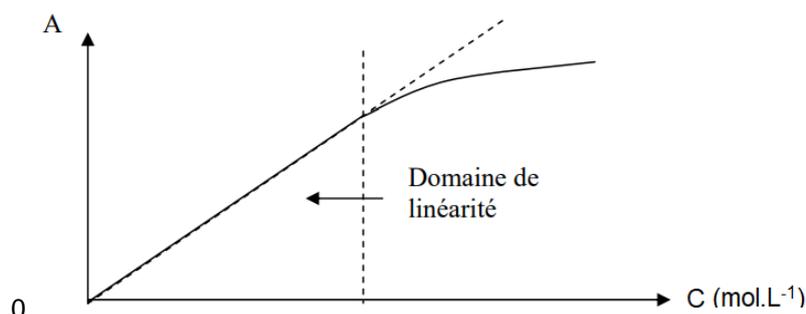


Document 3 : Domaine de linéarité

Pour pouvoir appliquer la loi de Beer-Lambert, il faut être dans des conditions où la concentration en espèce à analyser n'est pas trop élevée.

On reste alors dans le domaine appelé « domaine de linéarité ».

Sur le graphique suivant représentant l'absorbance en fonction de la concentration, le domaine de linéarité est représenté :



Document 4 : Données physico-chimiques**Limite de détection, limite de quantification et limite de linéarité dans le cas du diiode**Limite de détection : $C \leq 1,5 \times 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$ Limite de quantification : $C \leq 4,9 \times 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$ Limite du domaine de linéarité : $C \leq 5,0 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ **Masse molaire** : $M(I) = 127,0 \text{ g.mol}^{-1}$ **Masse volumique de l'eau** : $\rho_{eau} = 1000 \text{ g.L}^{-1}$ **Pourcentage massique**

$$\rho(I_2) = \frac{C \cdot M_{I_2} \times 100}{d \cdot \rho_{eau}}$$

Avec $\rho(I_2)$: pourcentage de diiode de la solution C : concentration en diiode I_2 en mol.L^{-1} M_{I_2} : masse molaire du diiode en g.mol^{-1} d : densité de la solution ρ_{eau} : masse volumique de l'eau en g.L^{-1} **Matériel mis à disposition du candidat**

- une calculatrice type « collège » ou un ordinateur avec fonction « calculatrice »
- un spectrophotomètre UV-visible
- une fiole de 50,0 mL
- une fiole de 100,0 mL
- pipettes jaugées : une de 1,0 mL, une de 2,0 mL, une de 5,0 mL, une 10,0 mL, une de 20,0 mL, une de 25,0 mL
- cinq béchers de 50 mL
- deux béchers de 100 mL
- sept cuves pour spectrophotomètre
- pipettes plastique
- une poire à pipeter ou pipeteur
- une éprouvette de 10 mL
- une éprouvette de 50 mL
- un flacon contenant une solution de Bétadine® commerciale : 20 mL
- lunettes
- gants
- un flacon d'eau distillée
- un ordinateur équipé d'un logiciel tableur-grapheur

TRAVAIL À EFFECTUER

1. Proposition de la gamme d'étalonnage (30 minutes conseillées)

Afin de réaliser le dosage du diode dans la Bétadine®, il faut tout d'abord préparer une gamme d'étalonnage. Cinq solutions doivent être préparées dans des fioles de 50,0 mL ou 100,0 mL à partir d'une solution mère dont la concentration est $C_E = 8,00 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$.

On souhaite préparer des solutions dont les concentrations sont acceptables d'après les limites de détection et de quantification données, et d'après le domaine de linéarité. Indiquer, en justifiant, les valeurs des concentrations extrêmes des solutions de la gamme d'étalonnage.

Limite de quantification : $C \leq 4,9 \cdot 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$ (Doc 4) et limite du domaine de linéarité : $C = 5,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ (Doc 4).

Donc les valeurs des concentrations extrêmes sont : $4,9 \cdot 10^{-4} \leq C \leq 5,0 \cdot 10^{-2}$ (en mol.L^{-1}).

À partir de la solution mère fournie, proposer des concentrations de solutions filles compatibles avec le matériel à disposition et compléter le tableau. Détailler la démarche suivie pour un exemple de solution fille.

On cherche à dilué de façon à rester entre les concentrations extrêmes :

Sachant que solution mère : $C_E = 8,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$

Par intuition :

C_E dilué deux fois : $C_E/2 = 4,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ (respecte les concentrations extrêmes).

Car : $C_E \cdot V_{\text{mère}} = C_{\text{fille}} \cdot V_{\text{fille}} \rightarrow C_{\text{fille}} = C_E \cdot V_{\text{mère}} / V_{\text{fille}}$ ou $V_{\text{fille}} = C_E \cdot V_{\text{mère}} / C_{\text{fille}}$

Pour cela le protocole est le suivant :

On prend un volume de 25mL de C_E ($V_{\text{mère}}$) avec une pipette jaugée de 25mL et d'une poire à pipeter.

On verse $V_{\text{mère}}$ dans une fiole jaugée de 50mL (V_{fille} est donc égale à 50mL).

On remplit les 25mL manquant avec de l'eau distillée tout en appliquant les règles d'une dilution.

On obtient une solution $S_{1(\text{fille})}$ de concentration $C_{1(\text{fille})}$, C_E dilué deux fois.

Numéro de la solution	1	2	3	4	5
Volume de solution mère V_E à prélever (mL)	25	20	10	5	2
Concentration molaire en diode de la solution fille C_i (mol.L^{-1})	$4,00 \cdot 10^{-2}$	$3,2 \cdot 10^{-2}$	$1,6 \cdot 10^{-2}$	$8,00 \cdot 10^{-3}$	$3,2 \cdot 10^{-3}$
Volume de la solution fille préparée V_f (mL)	50	50	50	50	50
Rapport de dilution	2	2,5	5	10	25

APPEL n°1		
	<p>Appeler le professeur pour lui présenter les résultats ou en cas de difficulté.</p> <p>Lui demander ensuite les solutions filles de la gamme d'étalonnage.</p>	

2. Dosage du diode (20 minutes conseillées)

Mesurer l'absorbance de chacune des **solutions filles de la gamme d'étalonnage fournies par l'examineur** à la longueur d'onde de 600 nm.

Diluer la solution de Bétadine® commerciale en introduisant $V = 5,0$ mL de Bétadine® commerciale dans une fiole de 50,0 mL. Compléter la fiole avec de l'eau distillée.

Prendre soin de pipeter très lentement la solution contenant la Bétadine® pour éviter la formation d'une mousse due aux tensio-actifs présents et faire couler très délicatement le long de la paroi de la fiole jaugée.

Mesurer et noter l'absorbance de la solution de Bétadine® diluée X : $A_x =$ **Lecture sur le spectrophotomètre UV**
Tracer le graphe $A = f(C_i)$. **Sûrement à tracer sur un papier millimétré : l'axe des abscisses : concentration et ordonnées : absorbance.**

APPEL n°2		
	Appeler le professeur pour lui présenter les résultats expérimentaux ou en cas de difficulté	

3. Détermination de la concentration en diiode (10 minutes conseillées)

En exploitant le graphique, déterminer la valeur de la concentration C_x de la solution de Bétadine® diluée.

On a trouvé A_x car on a mesuré son absorbance. Ainsi on peut lire graphiquement grâce à la courbe tracé sa concentration.

On lit C_x (dilué).

En déduire la valeur de la concentration molaire C en diiode de la solution de Bétadine® commerciale (S).

Facteur de dilution 50/5 car 5mL ont été introduit dans une fiole de 50mL.

Soit $F = 10$, la solution C_x est une solution diluée 10 fois de la solution de Bétadine® commerciale (S).

Donc : $C_{\text{Bétadine}} = 10 \cdot C_x$

$C_{\text{Bétadine}} = \dots \text{ mol.L}^{-1}$

Calculer le pourcentage en masse de diiode, $p(I_2)$, dans la solution de Bétadine® commerciale (S). Comparer à la valeur indiquée par le fabricant. Conclure quant à l'opportunité de l'utilisation de la solution de Bétadine® en vue de l'usage antiseptique visé.

$p(I_2) = C_{\text{Bétadine}} \cdot M_{I_2} \cdot 100 / d \cdot 1000 = C_{\text{Bétadine}} \cdot 127,0 \cdot 100 / 1,01 \cdot 1000 = \dots$ (sans unité : c'est un rapport)

On passe en pourcent $p(I_2) \cdot 100 = \dots \%$

Si inférieur ou égale à 10% (valeur fabricant) alors la solution est utilisation, sinon elle ne l'est pas.

Défaire le montage et ranger la paillasse avant de quitter la salle.