

Dosage d'une solution d'acide aspartique

Annabelle Peyronnet

31 mai 2022

Manip possibles : dosage pH-métrie, conductimétrie, étalonnage de la soude, analyse de données

Biblio : Des expériences de la famille acide-base p.239

1 Protocole et théorie détaillée

Sécurité soude corrosif, acide aspartique ok

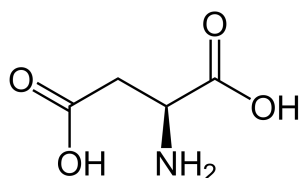


FIGURE 1 – Acide aspartique

Acide aspartique et équations du titrage L'acide aspartique est un diacide aminé, en solution il est sous la forme d'un zwitterion.

L'équation du dosage global est la suivante :

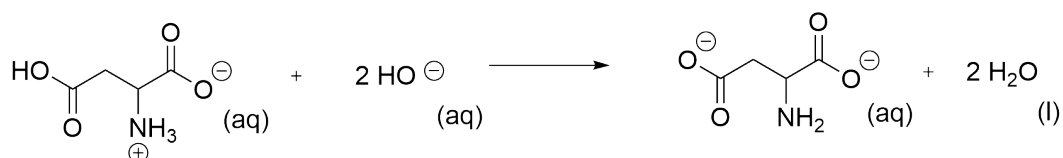


FIGURE 2 – Equation globale du dosage

Il s'agit de 2 réactions séparées car l'écart entre les deux acidités est suffisante (pK_A de l'acide non déprotoné en bout de chaîne de 3,9 tandis que celui de l'ammonium est de 10)

Les deux réactions successives sont les suivantes :

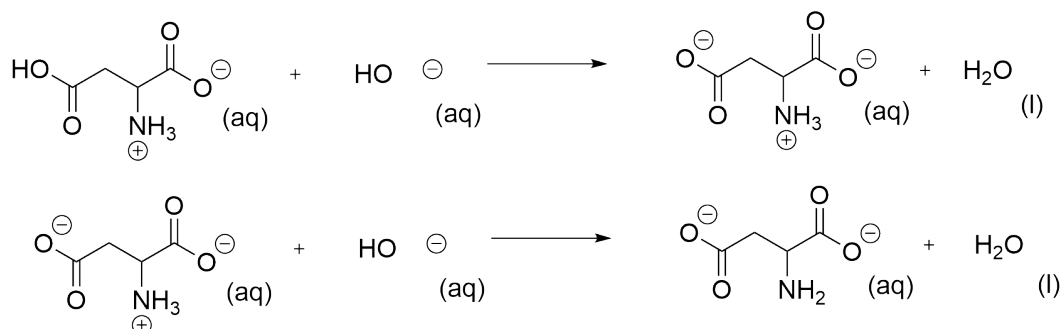


FIGURE 3 – Réactions successives

Préparation de la solution de soude Préparer une solution de soude à 0,1 mol/L et l'étalonner à l'acide oxalique. *Il vaut mieux étalonner car la soude est hygroscopique mais cette étape peut être sautée si on manque de temps.*

Préparation de l'acide aspartique à doser Peser 0,135 g d'acide aspartique, les dissoudre dans un bécher de 250 mL avec 100 mL d'eau distillée. *La quantité pesée fixe la quantité de matière que l'on va doser, l'ajout de l'eau permet de dissoudre le solide mais aussi d'avoir une hauteur suffisante dans le bécher pour que les électrode trempent. Il vaut mieux connaître le volume d'eau ajouté afin de pouvoir corriger la dilution pour la mesure de conductivité.*

Dosage Etalonner le pH mètre, pas nécessaire pour le conductimètre. Doser par la soude la solution du bécher préparée juste avant, en ajoutant quelques gouttes de BBT. Traiter ces données avec régressi pour remonter à la masse d'acide aspartique, ne pas oublier les incertitudes.

Remarques sur le dosage, conductimétrie et pH métrie La seconde réaction ne mène pas à un saut de pH visible par pH métrie car il s'agit d'une acidité faible qui est dosée. L'intérêt de la conductimétrie est alors de bien mettre en évidence ce second volume équivalent contrairement à la pH métrie. Cette manipulation montre donc que le suivi conductimétrique est mieux adapté.

Valeurs attendues des V_{eq} pour ces quantités Autour de 10 mL pour le premier et 20 pour le 2e.

2 Questions typiques

Acide aminés

- Combien il-y a t'il d'acide aminés ? On en connaît plus de 500.
- Nous on en est constitué de 20, dont la plupart sont fabriqués par notre corps à l'exception du tryptophane, la lysine, la méthionine, la phénylalanine, la thréonine, la valine, la leucine, l'isoleucine et l'histidine (ce sont les acides aminés essentiels)

Dosage

- différence entre point de fin de titrage et volume équivalent ? Oui, volume equivalent definition précise des réactifs introduits en proportion stoechiométrique alors que point de fin de titrage est la mesure d'une propriété qui varie brusquement proche de l'équivalence. Nous on trouve le point de fin de titrage mais par abus de langage on dit volume équivalent
- C'est quoi une erreur de titrage ? C'est la différence entre le volume équivalent et le volume de fin de titrage. Il faut la minimiser pour que le titrage soit valide. Cette erreur est non nulle si : en oxydored les coefficients stoechio ne sont pas 1 : 1 ; acide base courbe non symétrique c'est à dire autre que acide fort par base forte ou inverse ; par précipitation
- Mais alors pourquoi on ferme les yeux sur cette erreur de titrage ? Parce qu'elle est plus faible que les autres sources d'incertitudes
- Différence dosage et titrage ? Ce n'est pas la même chose : un dosage consiste à déterminer une quantité de matière ou un dérivé (concentration, masse...), on peut les faire par étallonage, titrage, spectrophotométrie... Les titrages sont une sous catégorie des dosages qui consiste à s'appuyer sur une réaction support pour déterminer la quantité de matière du titré.
- C'est quoi les effets de matrice ? Ce sont les interférences possibles sur la mesure comme la présence d'espèces parasites qui peuvent altérer ou modifier la réponse donnée par la méthode de dosage par exemple. Pour les limiter on peut faire des étapes de purifications mais elles sont aussi source d'erreur.

Conductimétrie

- Comment ça marche ? Mesure de la conductance entre deux plaques de platine platiné avec une tension alternative pour ne pas polariser les plaques. Tension également faible pour ne pas électrolyser les espèces présentes.

- Quelle est la fréquence de cette tension imposée entre les 2 plaques ? La fréquence dépend de la conductivité mesurée, à σ faible on est de l'ordre de 100 Hz, à σ élevé c'est 50 kHz. Mais ça dépend de la solution : la solution est un dipole d'impédance Z inconnu, on veut la conductance donc la résistance donc la partie réelle de Z , pour cela on cherche à se placer à une fréquence telle qu'on puisse négliger la partie imaginaire et avoir seulement la résistance. Du coup des fois il y a des sauts de conductivités dû à des changements de calibres (freq) lorsque σ augmente.
- Quels paramètres font varier la conductivité molaire ionique ? la charge de l'ion : plus il est chargé plus la force elec qui s'applique sur lui est forte et donc λ augmente ; la concentration : plus on est concentré plus les ions se gênent donc λ diminue ; la viscosité : ions freinés λ diminue ; température : plus la température augmente moins le solvant est visqueux donc λ augmente ; le rayon hydrodynamique de l'ion plus il augmente plus l'ion a du mal à se déplacer λ diminue.
- Pourquoi conductivité molaire ionique des ions hydroxydes et hydronium plus élevées que les autres ? Mécanisme par saut de Grotthus, "c'est la charge qui se déplace pas l'ion".
- Pourquoi le platine platiné est noir ? la couleur noire est due à l'état de surface du dépôt qui modifie les propriétés optiques habituelles.
- Comment on régénère le platine platiné ? On re platine par hydrolyse d'une solution d'acide hexachloroplatinique cf la notice de l'appareil.

pH métrie

- Utilisation de l'électrode de verre ? La nettoyer à l'eau distillée et au papier Joseph sans frotter, étalonner avec des solution tampons, bien tout attacher.
- Choix des solutions tampons pour étalonner ? Dépend du pH étudié : en milieu acide plutôt tampon 4 et 7 en milieu basique plutôt 7 et 10.
- Pourquoi électrode de verre sensible à H^+ ? Elle est formée d'une membrane de silice hydratée, le réseau des groupements silicates voit sa charge compensée par des ions sodium. Au niveau des deux interfaces de la membrane, les ions H^+ et Na^+ s'échangent. Si les concentration de part et d'autres de la membrane sont différentes il y a alors apparition d'une ddp qu'on appelle potentiel de membrane.
- Validité de la mesure de pH ? erreur alcaline due à la présence d'ion Na^+ peut devenir importante si il y en a beaucoup par rapport à H^+ et conduit à sous estimer le pH. A pH supérieur à 11 la mesure est en général assez faussée. De même en milieu très acide mesure faussée.
- Alors quelle solution pour des mesures de pH haut ? Utiliser des électrodes spéciales appelées électrodes de haute alcalinités constituées d'un verre enrichie en lithium.