

# Thème incertitude de mesure

## Etude d'une démarche de métrologie en BTSA première année Production Aquacole (Dany Vert, LEGTA D'AHUN)

Objectifs du référentiel et prérequis :

Objectifs	COMPÉTENCES ATTENDUES
Objectif 4.2 : Réaliser et interpréter des analyses dans le respect des règles d'hygiène et de sécurité  <b>Sensibiliser aux erreurs expérimentales et incertitudes de mesure.</b> Utiliser les outils qui permettent d'apprécier la qualité de l'eau.	Appliquer la technique du dosage notamment pour la détermination : - des titres alcalimétriques ; - de la teneur en dioxygène dissous par la méthode de Winkler ; - de l'oxydabilité au permanganate ; - <b>des titres hydrotimétriques</b> ; - des teneurs des ions nitrate, nitrite, orthophosphate et de l'azote ammoniacal.

Cette démarche de métrologie n'a pas encore été réalisée. Elle est prévue pour novembre 2014. L'objectif principal c'est de faire prendre conscience aux étudiants **qu'une mesure n'est pas unique, mais qu'elle est toujours incluse dans un intervalle.**

Ce TP se place dans une progression pédagogique. Les étudiants ont acquis au travers des TP précédents les savoirs et savoir-faire suivants :

- structure de la molécule d'eau ;
- nom et formule des principales espèces chimiques dissoutes dans l'eau ;
- concentrations mmol/L, mg/L, meq/L, °F (°f, ° Français)
- densité et masse volumique;
- notion de pH et sa définition.
- titrage hydrotimétrique (dureté calcique et magnésienne à l'EDTA disodique à 0,01 mol/L. )

### Définition de la situation - problème :

La dureté de l'eau en aquaculture est un paramètre chimique important à suivre.

La production de poissons de pisciculture (truites, saumons) est meilleure lorsque la dureté se situe autour de 20 °F.

Il faut faire des contrôles réguliers de l'eau. On utilisera ici la technique du titrage d'échantillon, mais on ne connaît pas à priori la dureté de l'eau.

Cette situation pose 2 questions :

- 1/ Quelle dilution optimale faut-il effectuer pour réaliser le titrage en une descente de burette ?
- 2/ Quelles incertitudes sont engendrées sur la valeur calculée de la dureté de l'eau ?

### Capacités à évaluer :

5. Analyser le fonctionnement des écosystèmes aquatiques

5.1. Expliquer les bases du fonctionnement de l'écosystème rivière

Ces capacités professionnelles correspondent aux objectifs de formation du module M51 suivants :

4. Apprécier la qualité physico-chimique d'une eau.

4.1. Maîtriser les principales lois de la chimie des solutions aqueuses.

4.2. Réaliser et interpréter des analyses dans le respect des règles d'hygiène et de sécurité.

## Déroulement de la séance : Une séance de 2 H

N°	Désignation	Durée
1	Présentation de l'objectif du TP métrologie. Rappels sur la sécurité au laboratoire. Rappel du protocole du TP sur la dureté.	15 min
2	Inventaire des incertitudes de mesure pour réaliser un titrage de dureté avec une dilution de l'échantillon.	25 min
3	Prélèvement de l'eau à titrer. Mesure de la dureté à l'aide de bandelette de dureté totale. Détermination de la dilution optimale.	10 min
4	Préparation du volume de la prise d'essai par dilution puis titrage. Réalisation de 5 titrages. Relevé des 5 volumes d'EDTA versés à la burette.	45 min
5	Calcul de la dureté totale moyenne et de son écart-type associé.	10 min
6	Présentation du résultat avec un intervalle de confiance à 95 %. Conclusion.	5 min

### 1/ Présentation de l'objectif du TP métrologie. Rappels sur la sécurité au laboratoire. Rappel du protocole du TP sur la dureté.

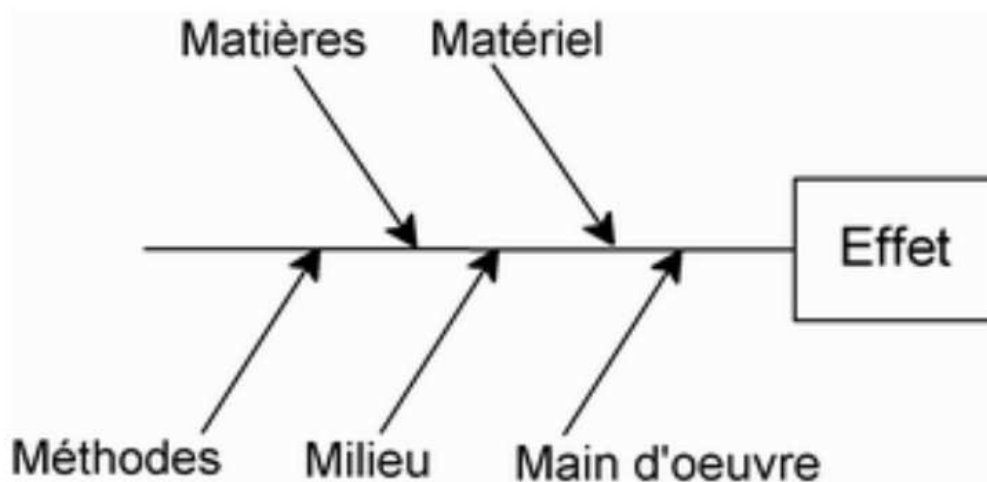
Ce TP s'inscrit comme un objectif du référentiel. Il s'agit de sensibiliser les étudiants aux incertitudes de mesure.

De plus les étudiants doivent apprendre à travailler en sécurité et en autonomie dans un laboratoire de chimie.

Après les rappels des consignes de sécurité, il sera abordé la dureté calcique et magnésienne.

### 2/ Inventaire des incertitudes de mesure pour réaliser un titrage de dureté avec une dilution de l'échantillon.

L'enseignant en mathématiques aura déjà exposé la loi normale, la moyenne et l'écart-type. On définira, classe entière, les facteurs influençant l'incertitude de mesure au travers du diagramme des 5M :

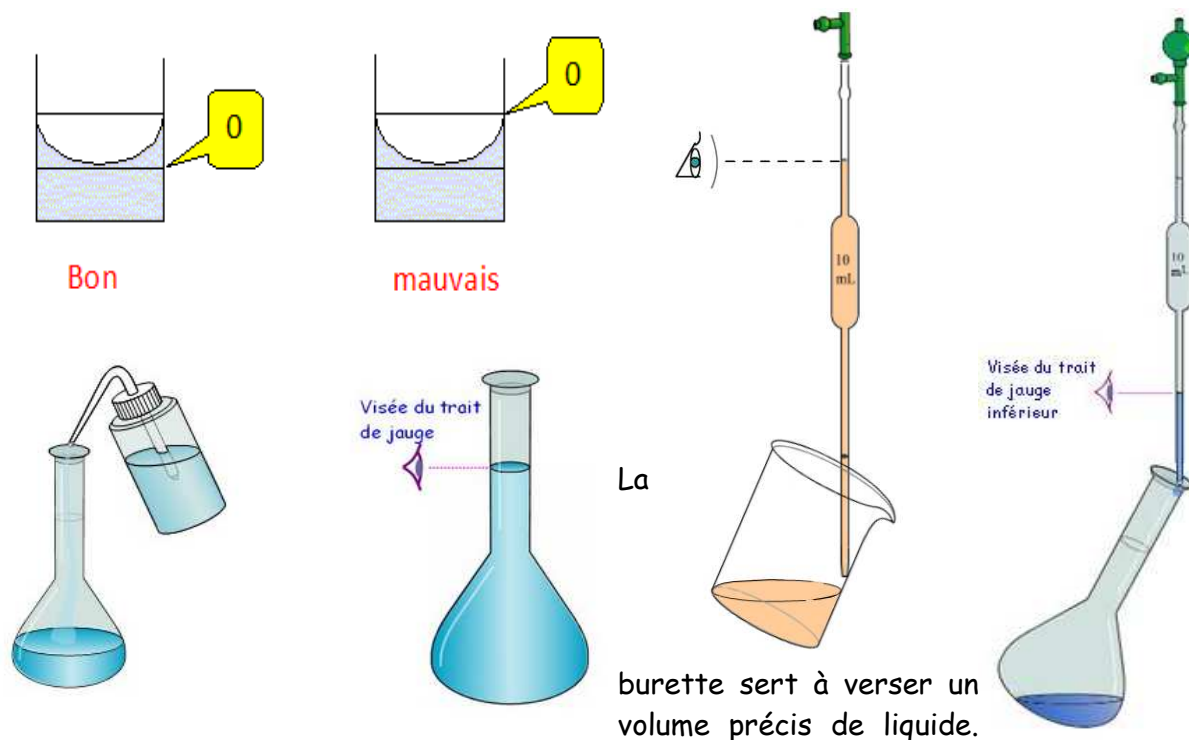


Chaque étudiant prendra en main l'instrument concerné (fiolle jaugée, burette, pipette jaugée). Pour la verrerie, il faut tenir compte du positionnement des traits sur la verrerie lors de leur fabrication et de la température qui fait dilater le verre, donc produit un changement de volume.

Erreurs liées aux manipulations : préparation des volumes de solution.

Pour lire un volume ou pour ajuster un liquide au niveau d'un trait de jauge ou de graduation, il faut que la partie inférieure du ménisque soit au niveau du trait de jauge ou de graduation.

Dans tous les cas, rincer la verrerie avec la solution.



Avant chaque utilisation elle doit être rincée une fois avec la solution que veut y introduire.

Remarques :

- Pour régler le niveau "zéro" il faut dépasser avec le liquide la graduation "zéro" puis ouvrir le robinet et faire baisser le niveau du liquide jusqu'au "zéro" (attention au ménisque).
- Toujours penser à chasser l'éventuelle bulle d'air sous le robinet

Il existe aussi une erreur du virage colorimétrique de la solution.

Pour la dureté totale, on utilise l'indicateur coloré NET (**N**oir d' **E**richrome **T**).

Sa coloration initiale est rouge violacé et sa coloration finale est bleu. Mais le virage est délicat. Il est préférable de réaliser un témoin.

Dès que l'on constate que le virage est effectif, il faut fermer le robinet de la burette. Cette opération est entachée de l'erreur même d'appréciation du virage colorimétrique.

En conclusion de cet inventaire des erreurs sur le résultat du titrage, on ne tiendra compte que de la partie manipulation.

Les étudiants effectueront 5 descentes de burettes.

### 3/ Dilution optimale

#### 3.1/ Ressources :

1°TH = 1°F ou (°f) = 0,1 mmol.L<sup>-1</sup> d'ions Ca<sup>2+</sup> et/ou d'ions Mg<sup>2+</sup> ou 10<sup>-4</sup> mol.L<sup>-1</sup>

Masse molaire atomique en g/mol : Mg = 24,3 et Ca = 40,1

1 meq/L → 5 °F et Valence x 1 mmol/L → 1meq/L

Si l'on titre 100 mL d'une eau par une solution d'EDTA disodique à 0,01 mol.L<sup>-1</sup>, alors le degré hydrotimétrique (°F) est égal au volume d'EDTA disodique versé en mL.

Donc : 1mL ==> 1°F

#### 3.2/ Détermination de la dilution optimale:

Les étudiants doivent en toute autonomie :

- Prendre connaissance des ressources ci-dessus.
- Prélever un échantillon d'eau à titre dans un bécher.
- Effectuer la mesure de dureté de l'eau à l'aide des bandelettes.
- Déterminer par l'observation d'une burette le volume titrant de la burette.
- Calculer le facteur de dilution, à l'aide de la règle de 3 ou en utilisant  $C_m \times V_m = C_f \times V_f$ .

Réponse : Pour une descente de burette, on choisira une dilution au 1/2.

### 4/ Préparation du volume de la prise d'essai par dilution puis titrage

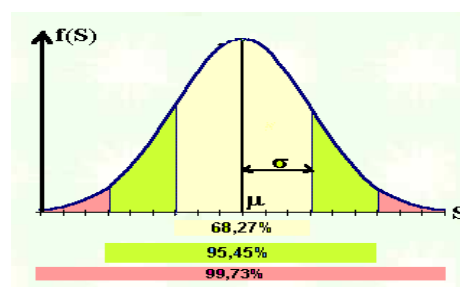
La manipulation complète sera l'occasion de rédiger un schéma explicatif précis et détaillé de tout le protocole de mesure de la dureté totale.

### 5/ Calcul de la dureté totale moyenne et de son écart type associé

Burette	Volume EDTA (mL)	Facteur dilution	Dureté °F Echantillon
Essai N°1			
Essai N°2			
Essai N°3			
Essai N°4			
Essai N°5			
Dureté moyenne °F =			
Dureté moyenne °D =			
Dureté moyenne méq/L =			

Écart-type corrigé =

2 x écart-type corrigé =



Remarques :

- 2 fois l'écart-type corrigé correspond à un intervalle de confiance de 95%.
- Il y a beaucoup de documentation en °D. Il faut savoir passer de l'un à l'autre à l'aide d'une table de conversion. 1°F (degré Français) correspond à 0,56 °D (degré Allemand)
- La profession utilise encore les méq/L.

Présentation du résultat avec un intervalle de confiance à 95 % :

Exemple : Dureté = (45 + / - 3) °F à 95% de confiance

**Conclusion.**

L'étudiant fera en conclusion de son TP un bilan et une critique de ses résultats.

J'ai choisi cette séance car elle a plusieurs objectifs pédagogiques :

- L'objectif principal, c'est d'initier les étudiants aux incertitudes de mesure en simplifiant les causes de l'incertitude de mesure. On ne tiendra compte ici que les incertitudes de type A lié au manipulateur.
- L'utilisation d'une verrerie diverse et variée va obliger les étudiants à faire preuve d'organisation et de méthodologie, en particulier, en ce qui concerne l'organisation de leur paillasse.
- Le fait de procéder à 5 titrages consécutifs devrait déboucher sur une amélioration de la prise de décision en ce qui concerne l'arrêt de la descente de burette au moment du virage colorimétrique.