



UNIVERSITE AKLI MOHAND OULHADJ-BOUIRA-

Faculté des Sciences & Sciences Appliquées

Département de Chimie



TRAVAUX PRATIQUES CHIMIE ANALYTIQUE I

Dr. S. MANSOURI

2023/2024

Table des matières

Initiation aux Travaux Pratiques	1
I. Objectifs du module	1
II. Règles de sécurité	1
III. Les interdictions	2
Hygiène et sécurité	3
Soins à prendre en laboratoire	5
Verreries et ustensiles usuels dans les travaux pratiques de chimie	6
TP 1 : Préparation de Solutions	8
I. Objectifs	8
II. Rappels Théoriques	8
III. But	9
IV. Partie expérimentale	9
IV.1. Matériel - produits utilisés	9
IV.2. Préparation de 100 ml d'une solution de NaCl (1N)	9
IV.3. Préparation de 100 ml d'une solution de NaCl 0,01 N à partir de la solution mère	10
V. Questions	11
I. Généralités	12
II. But	13
III. Principe de la manganimétrie	13
IV. Partie expérimentale	13
IV.1. Matériels-Produits utilisés	13
IV.2. Dosage de FeSO ₄ par KMnO ₄	13
V. Questions	13
TP 3 : Dosage par colorimétrie et pH-métrie d'un acide fort et d'un acide faible par une base forte	14
I. Généralités	14
II. Principe d'un dosage	15
III. Matériel	15
IV. Manipulations	16
V. Exploitation des résultats	17
TP 4 : Détermination d'un produit de solubilité	19
I. Généralités	19
II. Partie Expérimentale	21
II.1. Matériels et Produits	21
II.2. Mode Opérateur	21
III. Questions	22

Initiation aux Travaux Pratiques

I. Objectifs du module

L'objectif de ce module de chimie est d'appliquer les connaissances et les outils acquis, au cours « Chimie Analytique I », nécessaires à la compréhension des réactions en solution aqueuse, en mettant l'accent en particulier sur les réactions acido-basiques, de précipitation et les réactions d'oxydo-réduction. Par conséquent, il est indispensable que l'étudiant(e) porte un regard particulier d'intéressement et de motivation à ce volet de formation.

Par ailleurs, il est impératif de bien préparer le TP avant de venir au laboratoire, sans quoi l'étudiant ne sera en mesure de faire ni manipulation ni compte-rendu satisfaisants. Pour pouvoir mener à bien le travail demandé et en tirer le maximum de profit, il est conseillé de suivre les démarches suivantes :

- ✓ La préparation préalable du TP est nécessaire.
- ✓ Les TP sont exécutés en trinômes ou binômes.
- ✓ Une copie des résultats des expériences doit être communiquée aux assistants de TP après chaque séance.
- ✓ Les comptes rendus devront être transmis à la prochaine séance à l'enseignant.
- ✓ Un compte-rendu n'est pas une simple fiche de résultats. Il doit être rédigé et structuré.

II. Règles de sécurité

1. Ne jamais entrer dans un laboratoire sans autorisation.
2. Repérer les emplacements des matériels de sécurité.
3. Porter une blouse en coton et non en polyester (le coton brûle en cas de contact avec une flamme, alors que le polyester fond et adhère à la peau).
4. Porter des gants adaptés lors de la manipulation de produits corrosifs.
5. Ranger le matériel dès qu'il n'est plus nécessaire afin de ne pas être gêné lors de vos prochaines manipulations, apprendre également à gérer l'espace de travail et le temps dont on dispose.

6. Nettoyer immédiatement tout produit, liquide ou solide, répandu sur la paillasse ou sur le sol.
7. Attacher les cheveux longs et retirer les bijoux.
8. Manipuler debout.
9. Il faut avoir une connaissance du travail personnel et du travail réalisé par ses voisins et être conscient des dangers qu'ils peuvent présenter.
10. Ne jamais prendre quoi que ce soit dans un laboratoire sans permission.
11. Ne jamais diriger un tube à essais vers vous ou vers quelqu'un d'autre au cours du chauffage ou d'un test. Ne jamais regarder dans l'axe d'un tube à essais.
12. Tous les flacons doivent sans exception avoir une étiquette sur laquelle on retrouve le nom, la formule, le(s) pictogramme(s) de sécurité.
13. Lire les instructions d'un matériel ou d'un flacon de commerce.
14. Tout accident et toute casse ou détérioration du matériel doivent être signalés immédiatement à votre enseignant.
15. Si vous vous brûlez ou si un produit est projeté sur votre peau et vos yeux, lavez immédiatement la partie atteinte avec l'eau.
16. Ne jamais verser de l'eau sur une solution d'acide concentré.
17. A la fin du TP, vider tous les récipients, rincer et ranger la verrerie, remplir les burettes avec de l'eau distillée et nettoyer le paillasse.

III. Les interdictions

1. Ne jamais manger, fumer ou boire dans l'enceinte du laboratoire,
2. Ne jamais pipeter à la bouche,
3. Ne jamais inhaler un produit chimique,
4. Ne jamais manipuler des produits chimiques directement avec les doigts ou les goûter.

Hygiène et sécurité

Chaque étudiant doit se présenter à l'heure.

Port du tablier est obligatoire.

Utilisation des gants et lunettes où cela est demandé.

- Ne pas ingérer ou inhaler des produits chimiques, travailler sous hotte autant que possible.
- Ne pas rejeter de gaz ou vapeurs toxiques, inflammables ou explosifs dans le laboratoire (des hottes sont installées à chaque laboratoires).
- Ne pas rejeter à l'évier des produits dans le cas où des récipients sont réservés à cet effet.
- Ne pas laisser seule une manipulation en cours.
- En cas d'incident, appeler un assistant.
- Ne pas verser de produits dans les bouteilles à réactifs, ne pas y introduire de pipette : toujours utiliser un récipient intermédiaire.
- Remettre le matériel (électrodes, verrerie, seringues...) à l'endroit qui leur est destiné, même entre chaque mesure.
- En fin de manipulation, rincer le matériel utilisé à l'eau distillée.

Symboles Utilisés sur les Étiquettes : Les pictogrammes de danger

Dans les lieux publics on trouve souvent des dessins schématiques pour indiquer la sortie, l'interdiction de fumer, l'accès pour les personnes handicapées, ... etc. Ces dessins sont appelés des **pictogrammes**.

En chimie, la manipulation des espèces chimiques n'est pas toujours sans danger pour les utilisateurs mais aussi pour la nature. Les fabricants indiquent donc sur chaque flacon de produit chimique des pictogrammes pour indiquer les différents dangers.

	Ça explose Peut exploser au contact d'une flamme, d'une étincelle, sous l'effet de la chaleur, d'un choc, d'un frottement ...		Inflammable Peut s'enflammer au contact d'une flamme, d'une étincelle, d'électricité statique, sous l'effet de la chaleur, de frottements, au contact de l'air ou de l'eau (dégagement de gaz inflammables) ...
	Gaz sous pression Peut exploser sous l'effet de la chaleur ou causer des brûlures ou blessures liées au froid.		Comburant peut provoquer ou aggraver un incendie.
	Corrosif <ul style="list-style-type: none"> peut attaquer et ronger la peau peut attaquer les métaux 		Toxique cancérogène ou mutagène ou provoquant des allergies ou ayant des effets néfastes sur les poumons ou d'autres organes.
	Danger poison à forte dose ou irritant ou provoquant des allergies ou provoquant vertige ou somnolence.		Ça empoisonne Poison, même à faible dose ; peut provoquer différents troubles et entraîner la mort
	Ça nuit à l'environnement Néfastes pour les organismes du milieu aquatique.		

Exemple d'étiquette d'un produit chimique :

IDENTITÉ DU FOURNISSEUR

ACÉTONE




DANGER

Liquide et vapeurs très inflammables.
Provoque une sévère irritation des yeux.
Peut provoquer somnolence ou vertiges.

Tenir hors de portée des enfants.
Tenir à l'écart de la chaleur / des étincelles / des flammes nues / des surfaces chaudes. No pas fumer.
En cas de contact avec les yeux : rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer.
Stocker dans un endroit bien ventilé.
Maintenir le récipient fermé de manière étanche.
L'exposition répétée peut provoquer dessèchement ou gerçures de la peau.

Mention d'avertissement : il en existe deux : « DANGER » ou « ATTENTION ».

Mentions de danger.

Conseils de prudence.

Informations complémentaires

Soins à prendre en laboratoire

Danger	Règle de sécurité	Gestes de première urgence
Produit avalé	<ul style="list-style-type: none"> - Interdit de pipeter à la bouche - Utiliser les propipettes et les tétines 	<ul style="list-style-type: none"> - Rincer la bouche - Ne pas faire boire - Ne pas faire vomir
Projection dans l'œil	<ul style="list-style-type: none"> - Utiliser les lunettes de sécurité 	<ul style="list-style-type: none"> - Rincer l'œil maintenu ouvert sous un filet d'eau froide ou tiède, tête penchée, œil contaminé en dessous de l'œil sain
Brûlure thermique	<ul style="list-style-type: none"> - Ni cheveux, ni vêtements flottants - Pas de vêtements synthétiques – porter une blouse en coton 	<ul style="list-style-type: none"> - Rincer immédiatement sous un filet d'eau froide, 15 minutes - Garder les vêtements collés à la peau
Brûlure chimique	<ul style="list-style-type: none"> - Porter une blouse - Utiliser de petites quantités - Utiliser les concentrations minimales nécessaires - Etiqueter les contenants - Utiliser des gants si nécessaire 	<ul style="list-style-type: none"> - Rincer immédiatement sous un filet d'eau froide - Enlever les vêtements contaminés sans toucher le visage
Coupure	<ul style="list-style-type: none"> - Utiliser des torchons et lubrifier, pour enfiler un tube dans un bouchon - Jeter la verrerie fendue 	<ul style="list-style-type: none"> - Comprimer localement pour arrêter l'hémorragie - Faire asseoir et rassurer
Incendie	<ul style="list-style-type: none"> - Paillasse rangée - Savoir utiliser l'extincteur, la serpillière mouillée et la couverture anti feu 	<ul style="list-style-type: none"> - Etouffer le feu - Sur une personne : allonger la personne par terre et la couvrir avec la couverture anti feu
Inhalation d'un gaz irritant ou toxique	<ul style="list-style-type: none"> - Travailler sous hotte - Produire les quantités minimales de gaz 	<ul style="list-style-type: none"> - Faire sortir et respirer de l'air frais

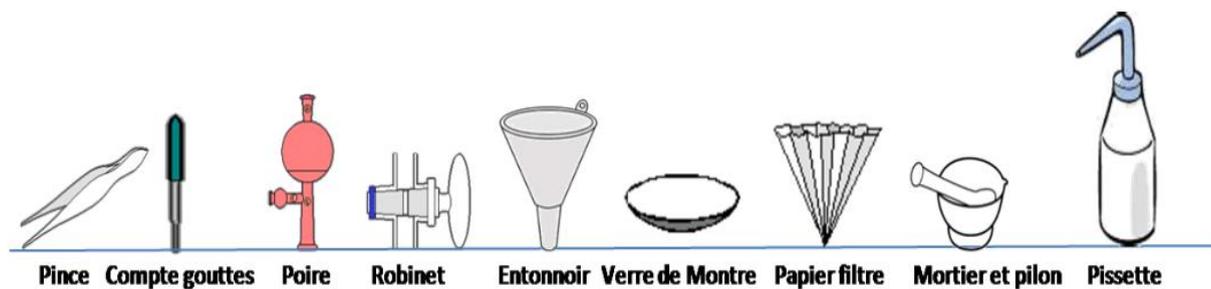
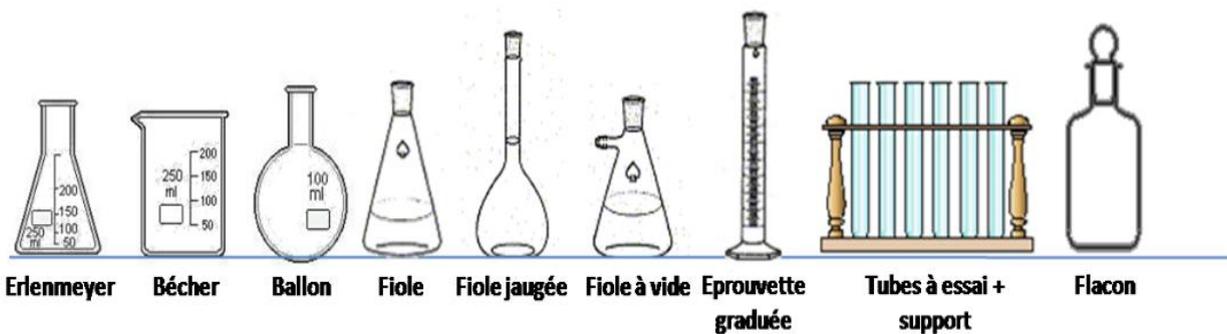
Verreries et ustensiles usuels dans les travaux pratiques de chimie

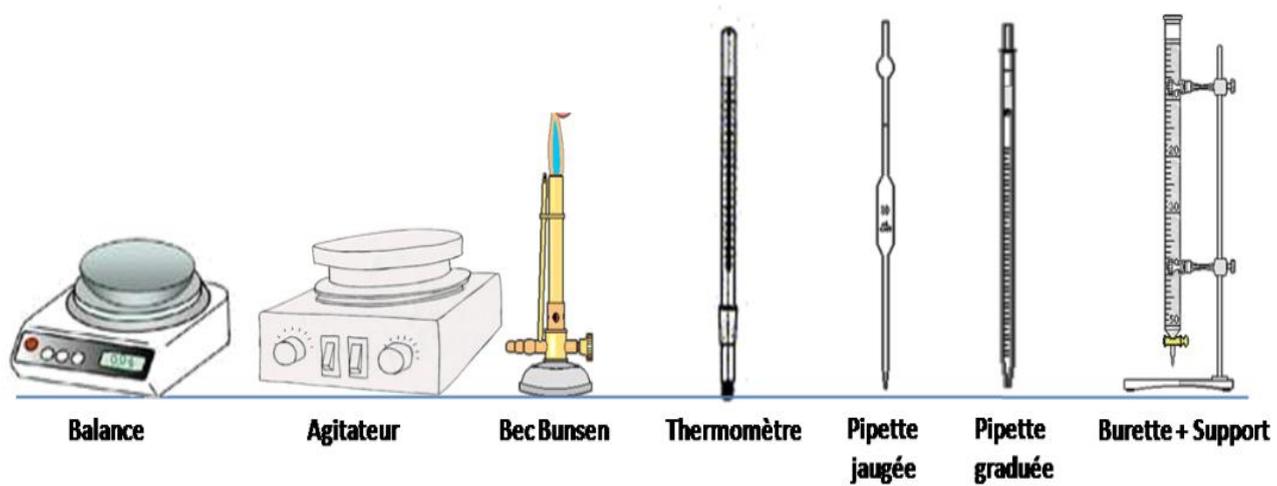
Tous les laboratoires de chimie partagent principalement en commun les équipements de laboratoire, la verrerie et les appareils de caractérisation. Cela comprend:

- Des appareils comme l'agitateur, la balance...etc. ;
- Une verrerie d'usage général comme le bécher, les tubes à essai, et l'erenmeyer ;
- Une verrerie volumétrique comme les pipettes (graduée, jaugée) et la burette ;
- Accessoires comme la pissette, l'entonnoir...etc.

L'équipement du laboratoire est en général utilisé, soit pour réaliser une manipulation, ou expérience, soit pour effectuer des mesures et rassembler des données. Il faut adapter le volume de la verrerie utilisée à la manipulation:

- Fiole ou pipette jaugée pour une mesure très précise;
- Eprouvette ou pipette graduée pour une mesure précise;
- Bécher, erlenmeyer...pour une mesure peu précise.





TP 1 : Préparation de Solutions

I. Objectifs

Préparer une solution par dissolution d'un composé solide.

Préparer une solution par dilution d'une solution mère.

II. Rappels Théoriques

➤ **Solution** : c'est une phase condensée liquide formée de plusieurs constituants. Elle est formée d'un solvant noté « S » (il est toujours présent en quantité plus) et d'un ou de plusieurs solutés notés « S_i » (i = 1, 2, 3 ...). Solution = Soluté + Solvant

Il y a deux types de solutions :

- ✓ Solution homogène : formée d'une seule phase (les constituants sont miscibles) ;
- ✓ Solution hétérogène : formée de deux à plusieurs phases (les constituants sont immiscibles).

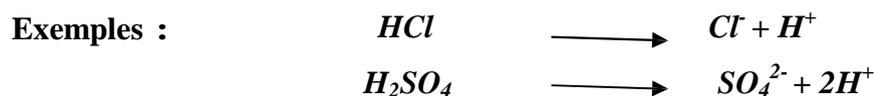
Remarque : une solution aqueuse est une solution dont le solvant est l'eau.

➤ **Concentration d'une solution** : peut être définie comme étant :

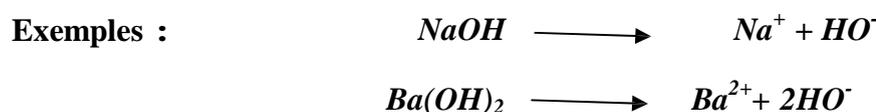
- La Molarité (M) (concentration molaire) : c'est le nombre de moles de soluté par litre de solution (mol. L⁻¹) ; (exemple : 1 M : 1 mole de soluté par 1 litre de solution) ;
 $M = C_n = n/V$
- La Normalité (N) : c'est le nombre d'équivalents-gramme de soluté par litre de solution.
- L'équivalent-gramme : est la quantité de soluté comprenant une mole des particules considérées (H⁺, OH⁻, e⁻... etc.)

$$\text{Normalité} = \text{nombre d'équivalent-gramme} \times \text{Molarité} ; N = Z \cdot M$$

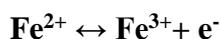
Pour les acides Z est le nombre de H⁺ libéré au cours de la réaction



Pour les bases Z est le nombre de OH⁻ libéré dans la réaction.



Pour une réaction d'oxydoréduction Z est le nombre d'électrons libérés par un réducteur ou captés par un l'oxydant.



- Le Titre massique (concentration massique) : c'est la concentration pondérale exprimée en unité de masse par litre de solution, généralement exprimée en g. L^{-1} ; $C_m = m/V$

➤ **Dilution** consiste à préparer, à partir d'une solution mère, une solution fille dont la concentration est moindre.

Remarque : « L'addition du solvant (par exemple l'eau) à une solution ne modifie pas la quantité de soluté, mais elle change la concentration de solution » $n_1 = n_2$ donc $N_1V_1 = N_2V_2$
c.-à-d. $C_1V_1 = C_2V_2$

III. But

Préparation d'une solution (mère) de chlorures de sodium NaCl de normalité 0,1N

Préparation d'une solution fille de normalité 0,01 N à partir de la solution mère.

IV. Partie expérimentale

IV.1. Matériel - produits utilisés

- Balance, verre de montre, fiole jaugé, bécher, pipette ou éprouvette, pro-pipette, pissette et spatule.
- NaCl (Solide) et l'eau distillée.

IV.2. Préparation de 100 ml d'une solution de NaCl (1N).

Mode opératoire

- ✓ Calculer la masse de chlorures de sodium (NaCl) nécessaire à la préparation de la solution demandée.
- ✓ Peser la masse calculée sans la toucher avec les doigts.
- ✓ Fermer rapidement le flacon pour éviter que les chlorures de sodium s'hydrate et se carbonate à l'air
- ✓ Introduire la masse de NaCl calculée dans une fiole jaugée de 100 ml remplie au préalable à moitié avec de l'eau distillée. Agiter jusqu'à dissolution totale puis compléter jusqu'au trait de jauge. (*Suivre le schéma 01*)

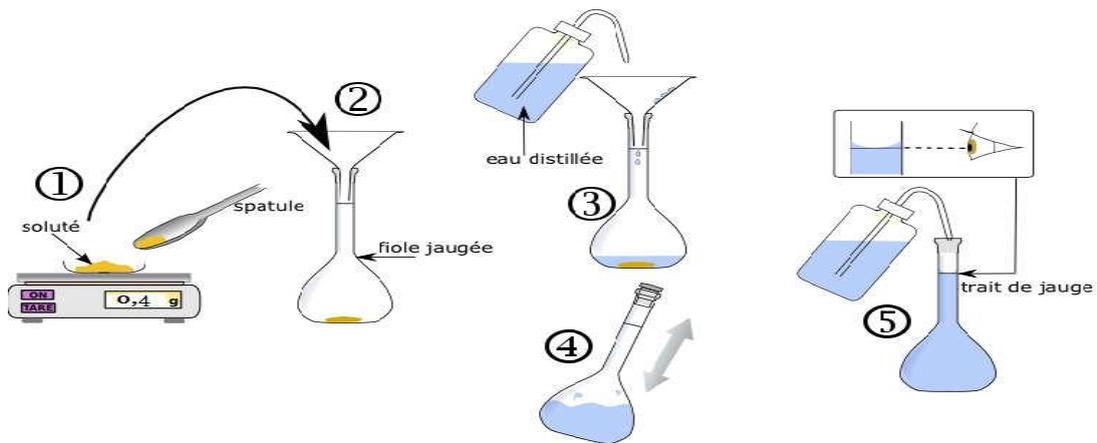


Schéma 01

IV.3. Préparation de 100 ml d'une solution de NaCl 0,01 N à partir de la solution mère

- ✓ Calculer le volume de la solution mère à prélever.
- ✓ Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire à l'aide d'une pipette graduée le volume de la solution mère calculé. Remplir la fiole jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée, refermer et agiter. (Suivre le schéma 02)

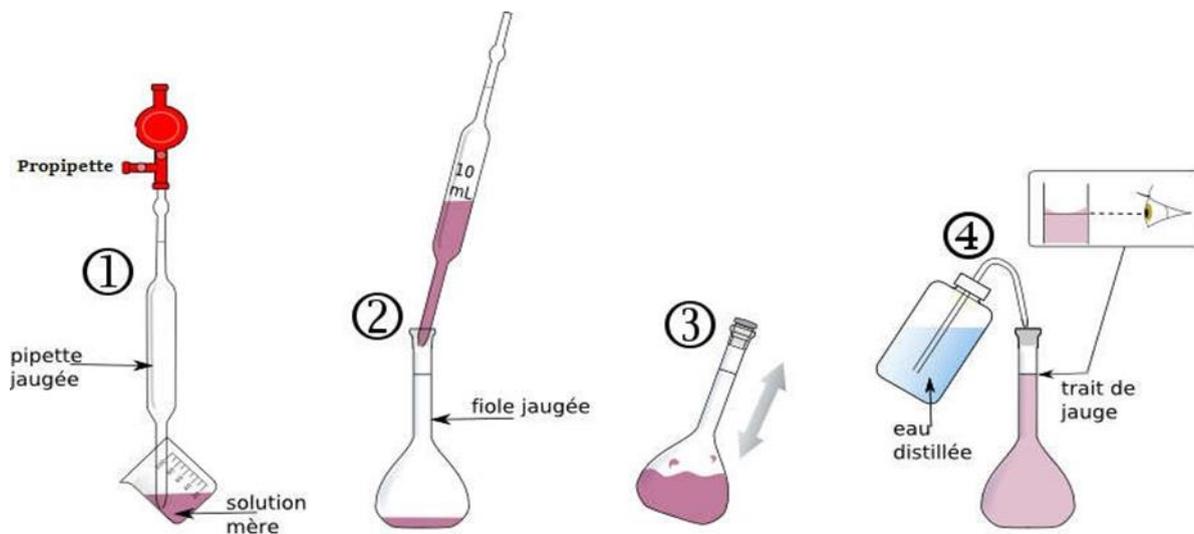


Schéma 02

V. Questions

1. Quelle est la masse de NaOH qu'il faut peser pour préparer 100 ml d'hydroxyde de sodium de concentration molaire 1 mol/l. $M_{\text{NaOH}} = 40 \text{ g/mol}$.
2. Quel est le volume de HCl qu'il faut utiliser pour préparer 100 ml de HCl de Normalité 6 N (justifier) ? (Pureté : 37%, $d = 1,18$, $M = 36,5 \text{ g/mole}$).
3. Un chimiste veut préparer 500 ml d'une solution d'acide sulfurique à 2 M. Il dispose d'une solution concentrée de 18 M.
 - a. Comment appelle-t-on cette opération ?
 - b. Quelle quantité de solution concentrée devra-t-il utiliser pour sa solution ?
4. Est-ce qu'on peut préparer une solution fille d'acide chlorhydrique de concentration 8 M (100 ml) à partir d'une solution mère de concentration 4 M ? Pourquoi ? Si oui, calculer le volume de la solution concentrée ?

TP 2 : Dosage d'oxydoréduction

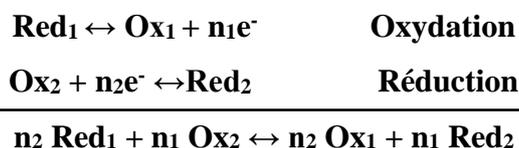
I. Généralités

➤ Une réaction d'oxydoréduction est une réaction chimique qui se produit avec un transfert d'un ou plusieurs électrons. Les réactions d'oxydoréduction sont présentes dans de nombreux domaines tels que les combustions, la métallurgie, l'électrochimie ou encore dans le corps humain (ex. mécanisme de respiration...).

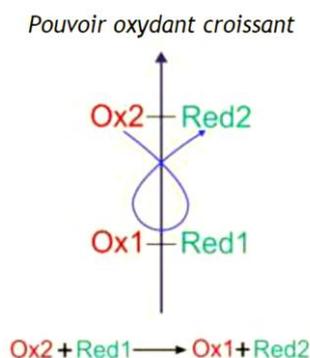
Une réaction d'oxydoréduction est la combinaison de deux demi-équations d'oxydation et de réduction.

➤ Une oxydation se définit comme la perte d'un ou plusieurs électrons. La réaction inverse de l'oxydation s'appelle la réduction.

➤ On appelle réducteur, l'espèce chimique qui perd un ou plusieurs électrons, par contre un oxydant représente l'espèce chimique qui capte un ou plusieurs électrons. Donc, la réduction correspond à la réaction de formation d'un réducteur et l'oxydation à la réaction de formation d'un oxydant. Ou bien, lors d'une réaction d'oxydoréduction, le réducteur est oxydé et l'oxydant est réduit.



Donc pour connaître le sens de l'évolution d'une réaction d'oxydoréduction, il est nécessaire de quantifier les pouvoirs oxydant et réducteur des couples d'oxydoréduction mis en jeu. Pour cela, on définit le potentiel standard E° d'un couple d'oxydoréduction (Ox/Red). Plus E° est grand, plus l'oxydant est fort.



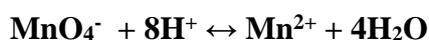
II. But

Il s'agit de déterminer la concentration des ions Fe^{2+} dans la solution (FeSO_4), à l'aide d'un dosage oxydoréduction (manganimétrie).

III. Principe de la manganimétrie

Le couple redox mis en jeu est $\text{MnO}_4^- / \text{Mn}^{2+}$ dont le potentiel standard vaut 1,507V. Les propriétés oxydantes de l'ion permanganate sont à l'origine de la manganimétrie. La forme oxydante MnO_4^- est violette, la forme réductrice Mn^{2+} est incolore, ce qui permet de déterminer le point équivalent sans utiliser d'indicateurs colorés.

En milieu acide (ajout de H_2SO_4), la demi réaction du couple $\text{MnO}_4^- / \text{Mn}^{2+}$ s'écrit :



IV. Partie expérimentale

IV.1. Matériels-Produits utilisés

- Burette, entonnoir, erlenmeyer, pipette ou éprouvette.
- KMnO_4 (0,1 M), H_2SO_4 concentré, FeSO_4 et l'eau distillée.

IV.2. Dosage de FeSO_4 par KMnO_4

Mode opératoire

- Remplir la burette avec la solution de permanganate de potassium.
- Verser dans l'erlenmeyer : 10 ml de FeSO_4 , 20ml de H_2O et 10 ml de H_2SO_4 .
- Laisser couler goutte à goutte la solution oxydante KMnO_4 avec agitation. La première goutte de la solution de KMnO_4 en excès c.-à-d qui n'est plus réduite, colore la solution contenue dans l'erlenmeyer en rose persistant.
 - Noter le volume de KMnO_4 versé.
 - Refaire le titrage 1 à 2 fois.

V. Questions

1. Ecrire les demi-réactions redox et la réaction globale du dosage.
2. Calculer la concentration de (FeSO_4).
3. L'acide HCl ou l'acide HNO_3 à la place de H_2SO_4 conviennent-ils à cette réaction ?
Expliquer
4. Pourquoi on n'a pas utilisé un indicateur coloré ?

TP 3 : Dosage par colorimétrie et pH-métrie d'un acide fort et d'un acide faible par une base forte

I. Généralités

Le dosage acidobasique est utilisé afin de déterminer la concentration inconnue d'une solution composée d'un acide, d'une base, ou d'un mélange. Si la solution de titre inconnu est un acide, on verse une base de façon à neutraliser l'acide, l'intérêt étant de déterminer précisément la quantité de base ajoutée pour neutraliser l'acide.

➤ Une des premières définitions d'un acide et d'une base a été proposée en 1887 par Arrhenius et Ostwald. Selon eux, un acide était un composé à hydrogène mobile qui libérait dans l'eau des protons H^+ alors qu'une base était un composé qui libérait des ions hydroxyle HO^- en milieu aqueux.

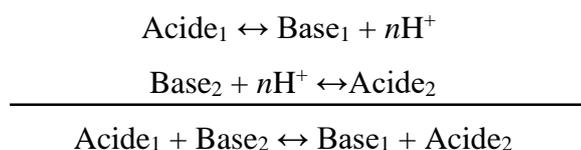
➤ En 1923, Bronsted et Lowry ont remis en cause la définition d'Arrhenius et Ostwald et ont proposé une nouvelle définition. Ils ont défini un acide comme une substance capable de céder un proton et une base comme une substance capable de capter un proton.

➤ Parallèlement, durant la même année, Lewis a proposé une autre définition. Il a défini un acide comme un accepteur de doublets d'électrons et une base comme donneur de doublets d'électrons.

➤ Un couple acidobasique est constitué d'un acide et sa base conjuguée (Acide/Base).

➤ Une réaction acido-basique met en jeu deux couples acide/base : le couple Acide1/Base1 et le couple Acide2/Base2. Une réaction acide-base est une transformation chimique entre l'acide d'un couple et la base d'un autre couple acide/base, par l'intermédiaire d'un échange d'ions H^+ .

L'équation complète est une combinaison linéaire des deux demi équations spécifiques de chaque couple :



II. Principe d'un dosage

Une solution contient une espèce chimique dissoute A. Doser cette espèce chimique, c'est déterminer sa quantité de matière ou sa concentration C_A dans la solution.

Pour doser A, on fait réagir A sur un corps B contenu dans une solution de concentration connue C_B . La réaction de dosage doit être rapide, totale et facilement observable.

- Un dosage acidobasique peut être suivi par :
 - ✓ pH-métrie : on suit l'évolution du pH au cours de la réaction.
 - ✓ colorimétrie : on utilise un indicateur coloré.

Un indicateur coloré est un réactif dont la couleur dépend du milieu (ou le pH). Il peut être utilisé pour repérer la fin d'un dosage si l'équivalence est atteinte dans sa zone de virage.

Exemples d'indicateurs colorés :

Indicateur	Couleur /acide	Zone de virage	Couleur/base
Hélianthine	Rouge	3,1-4,4	Jaune
Rouge de Méthyle	Rouge	4,08-6	Jaune
Bleu de Bromothymol	Jaune	6,0-7,6	Bleu
Phénolphtaléine	Incolore	8,2-10,0	Rose-violet
Jaune d'Alizarine	Jaune	10,1-12,2	Rouge

III. Matériel

A la paillasse :

- 1 pH-mètre + Solutions tampon pH 7 et 4 (étalonnage du pH-mètre).
- Indicateurs colorés (bleu de bromothymol - phénolphtaléine) + document zone de virage de différents indicateurs.
- 1 agitateur magnétique + barreau aimanté.
- 1 burette 25 ml.
- 1 pipette 10 ml + propipette.
- 1 éprouvette graduée 100 ml.
- 3 béchers de 200 ml + 2 béchers 100 ml.

En commun :

- Acide chlorhydrique (acide fort) de concentration à déterminer.
- Acide acétique (acide faible) de concentration à déterminer.
- Soude (base forte) de concentration connue $C_B = 0,1 \text{ mol/l}$.

IV. Manipulations (même démarche pour les deux acides)

- A l'aide des solutions présentes sous la hotte :
 - Prendre un bécher de 200 ml et y verser environ 100 ml de soude.
 - Prendre un bécher de 100 ml et y verser environ 50 ml d'acide (acide chlorhydrique ou acide acétique).

Marquer au feutre le nom des solutions sur chaque bécher.

- Remplir la burette (préalablement rincée à la soude) avec de la soude.
- Chasser les bulles d'air et ajuster le zéro. On récupèrera les déchets dans le bécher « poubelle » de 200 ml prévu à cet effet.
- Prélever 10 ml d'acide à l'aide de la pipette (sèche ou préalablement rincée avec la solution d'acide) que l'on verse dans un bécher (sec ou rincé à l'eau distillée) de 100 ml.
- Mettre le barreau aimanté dans le bécher et placer ce dernier sur l'agitateur magnétique.

Vérifier que le chauffage de l'agitateur ne fonctionne pas (thermostat sur 0).

DOSAGE COLORIMETRIQUE

- Ajouter quelques gouttes d'indicateur colore : BBT (bleu de bromothymol) pour l'acide chlorhydrique et $\phi\phi$ (phénolphtaléine) pour l'acide acétique.
- Placer une feuille blanche sous le bécher de façon à mieux repérer l'équivalence (changement de couleur de l'indicateur coloré). Démarrer l'agitation et verser progressivement la soude. Noter au changement de couleur la valeur du volume équivalent V_{eq} .

DOSAGE pH-METRIQUE

- Etalonner le pH-mètre.
- Ajouter, à l'aide de l'éprouvette graduée, **30 ml d'eau distillée** dans le bécher. Cette dilution permet à la sonde de pH de tremper dans la solution. **Immerger la sonde et démarrer l'agitation.**

Remarque importante : Il faut vérifier que le vortex généré par l'agitation ne gêne pas l'immersion de la sonde.

- Une fois la sonde immergée, à l'aide d'ajouts successifs de soude (voir remarque), tracer la courbe $pH=f(V)$.

Remarque : Ce dosage est plus précis que le précédent (par colorimétrie). Connaissant le volume équivalent, on prendra soin de resserrer l'acquisition des points autour de l'équivalence.

Exemple : $V \in [0, V_{\text{eq}} - 2] \rightarrow 1 \text{ ml par } 1 \text{ ml}$.

$V \in [V_{\text{eq}} - 2, V_{\text{eq}} - 1] \rightarrow 0,5 \text{ ml par } 0,5 \text{ ml}$.

$V \in [V_{\text{eq}} - 1, V_{\text{eq}} + 1] \rightarrow 0,2 \text{ ml par } 0,2 \text{ ml et goutte à goutte au voisinage du point d'équivalence}$.

$V \in [V_{\text{eq}} + 1, V_{\text{eq}} + 2] \rightarrow 0,5 \text{ ml par } 0,5 \text{ ml}$.

$V \in [V_{\text{eq}} + 2, 25] \rightarrow 1 \text{ ml par } 1 \text{ ml et augmenter le volume des ajouts à partir de } V_{\text{eq}} + 5 (2\text{ml}, 3\text{ml}, \dots)$.

V. Exploitation des résultats (A effectuer pour les 2 acides)

DOSAGE COLORIMETRIQUE

1. Compléter le tableau d'évolution de la réaction :

Équation bilan			
État initial			
État intermédiaire			
Équivalence			

2. Quelle est la solution titrante ? Quelle est la solution titrée ?
3. Quelles sont les caractéristiques d'une réaction de titrage ? Définir l'équivalence du titrage.
4. A l'aide du tableau d'avancement, en déduire la concentration inconnue C_A de l'acide utilisé.

DOSAGE pH-METRIQUE

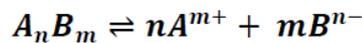
1. Tracer sur une feuille de papier millimétré, l'évolution du **pH** en fonction du volume **V** de soude versée.
2. Déterminer par la méthode des tangentes parallèles (voir la présentation de la méthode par le professeur) la valeur du volume équivalent V_{eq} ainsi que le pH correspondant que l'on notera $\text{pH}_{E.V_{\text{eq}}} = \dots\dots\dots$ et $\text{pH}_E = \dots\dots\dots$
3. Parmi la liste des indicateurs présentés ci-dessus, justifier choix des indicateurs colorés.
4. A l'aide du tableau d'avancement de la première partie (c'est toujours la même réaction), en déduire la concentration inconnue C_A de l'acide utilisé.
5. La soude est une base forte, quelle relation relie le pH et la concentration C_B ? Est-elle vérifiée ici ?

6. De la mesure du pH de la solution de l'acide et de la valeur de C_A correspondante, en déduire que HCl est un acide fort et CH_3COOH est un acide faible ?
7. Dans le cas de l'acide acétique, on se place à la demi-équivalence noté $V = V_{\text{eq}}/2$, noter la valeur du $\text{pH}_{1/2} = \dots\dots\dots$
8. Pour la *demi équivalence*, comparer les concentrations restantes : $[\text{CH}_3\text{COOH}]_{1/2}$ et $[\text{CH}_3\text{COO}^-]_{1/2}$.
9. Rappeler la définition de la constante d'acidité pour l'acide acétique. Que devient cette expression à la demi-équivalence du dosage ?
10. En déduire un moyen simple de détermination du pKa et déterminer sa valeur dans le cas présent.

TP 4 : Détermination d'un produit de solubilité

I. Généralités

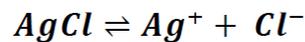
1. La solubilisation : est la dissolution d'un solide ionique dans l'eau. En effet lorsqu'un solide ionique de type A_nB_m est dissout dans l'eau, il y a formation d'ions hydratés. La dissolution atteint une limite (appelée saturation) lorsqu'on obtient un équilibre. Cet équilibre correspond à l'égalité des vitesses de dissolution et de précipitation. On peut le représenter par la réaction suivante :



A la saturation, la concentration des ions en solution est appelée solubilité, le produit de solubilité K_s est défini par :

$$K_s = [A^{m+}]^n \cdot [B^{n-}]^m$$

Exemple : Pour un sel de stœchiométrie 1/1



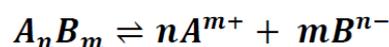
$$K_s = [Ag^+] \cdot [Cl^-] \quad \text{et} \quad [Ag^+] = [Cl^-]$$

2. La précipitation : C'est la formation un sel à partir d'ions dissout en solution lorsque le produit des concentrations des ions en solution (P_i) est supérieur au produit de solubilité (K_s), alors il y'a formation d'un sel par précipitation.

$$P_i = [A^{m+}]^n \cdot [B^{n-}]^m > K_s$$

3. Relation entre solubilité et produit de solubilité :

Soit l'équilibre suivant :



Pour une concentration C du sel A_nB_m

$$[A^{m+}] = nC \quad ; \quad [B^{n-}] = mC$$

A la saturation, C est égale à s la solubilité.

$$K_s = [A^{m+}]^n \cdot [B^{n-}]^m = [ns]^n \cdot [ms]^m = n^n m^m s^{n+m}$$

4. Facteur influençant la solubilité

➤ Influence de la nature du soluté et du solvant

Un soluté est plus ou moins soluble dans un solvant en fonction de son affinité chimique.

- Un soluté polaire est soluble dans un solvant polaire mais pas dans un solvant apolaire.
- Inversement un soluté apolaire est soluble dans un solvant apolaire mais pas dans un solvant polaire.

➤ Influence de la température

La solubilité d'un soluté solide augmente (en général) avec la température

<i>Solubilité du chlorure de sodium dans l'eau</i>		
à 0°C	à 20°C	à 100°C
s = 357 g/l	s = 358,5 g/l	s = 391,2 g/l

Les réactions de dissolution sont (en général) endothermiques : donc une augmentation de la température favorise la dissolution du précipité, mais certaines dissolutions (comme celle du carbonate de calcium = calcaire ou tartre) sont exothermiques : alors une augmentation de température ne favorise pas la dissolution du composé ionique (le solide est moins soluble à chaud qu'à froid).

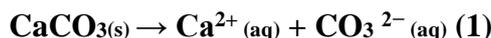
➤ Influence du pH sur la solubilité

- Une solution acide est une solution dont le pH est inférieur à 7 ; les ions oxonium H_3O^+ (aq) prédominent dans le milieu.
- Une solution neutre est une solution dont le pH est égal à 7, il y a autant d'ions oxonium H_3O^+ (aq) que d'ions hydroxyde OH^- (aq) dans le milieu.
- Une solution basique est une solution dont le pH est supérieur à 7 ; les ions hydroxyde OH^- (aq) prédominent dans le milieu.

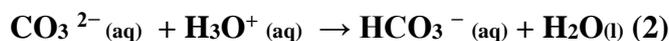
La solubilité de certains solutés va dépendre du pH : elle peut diminuer en milieu basique ou augmenter en milieu acide.

Cette propriété est utilisée pour le retraitement de déchets et notamment pour dépolluer des eaux souillées. De nombreux hydroxydes de métaux lourds précipitent lorsque le pH est basique.

Exemple : Dissolution du carbonate de calcium dans l'eau :



Si on effectue la dissolution en milieu acide, les ions carbonate formés réagissent avec les ions H_3O^+ :



Il y a disparition des ions $\text{CO}_3^{2-}(\text{aq})$ d'après l'équation (2) pour compenser cela ; la dissolution du solide ionique est favorisée suivant la réaction (1), **la solubilité augmente.**

II. Partie Expérimentale

II.1. Matériels et Produits

Produits

- Solution de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (à doser)
- Solution de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (dans du CaCl_2 0,2 M)
- Solution de HCl (0,1 N)
- Phénolphtaléine
- Eau distillée

Matériels

- 1 burette de 25 ml
- 1 erlenmeyer de 250 ml
- 1 pipette de 10 ml
- 1 entonnoir + 2 papiers filtre
- 3 béchers de 20 ml

II.2. Mode Opérateur

On dosera le filtrat de la solution saturée de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ par de l'acide chlorhydrique (0,1N) en présence de la phénolphtaléine. L'étudiant aura à sa disposition la solution saturée de $\text{Ca}(\text{OH})_2$; il en prélèvera environ 60 ml qu'il filtrera pour avoir une solution limpide, après l'avoir agitée et décantée.

- **Mesure 1 :** Mettre 10 ml du filtrat de la solution de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (pipette) dans un erlenmeyer, puis doser par de l'acide chlorhydrique (0,1 N) en présence de 2 gouttes de phénolphtaléine. Faire un essai grossier et deux essais précis.
- **Mesure 2 :** Prélever 30 ml de la solution de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, préparée dans une solution de CaCl_2 0,2 M et, doser 10 ml du filtrat en présence de 2 gouttes de phénolphtaléine par HCl (0,1 N). Faire 1 seul essai précis, après avoir, dans une première étape, cherché approximativement le volume équivalent.

III. Questions

1. Donner la concentration équivalente de la solution de Ca(OH)_2 , sa concentration molaire volumique et les concentrations en ions Ca^{2+} et OH^- .
2. Déterminer K_s et s de Ca(OH)_2 .
3. Déterminer la solubilité s' de Ca(OH)_2 dans l'expérience en présence de CaCl_2 .
4. Expliquer pourquoi la solubilité s' de Ca(OH)_2 en présence de CaCl_2 est différente de celle trouvée en l'absence de ce composé.