

TP1 : Titrage d'une solution d'ions Ni (II)

Le premier TP a pour objectif de réviser quelques notions fondamentales sur les titrages en solution aqueuse à travers l'exemple du titrage d'une solution de sulfate de nickel en milieu basique .

Dans la suite , la solution de sulfate de nickel à titrer est désignée par S_2 . Le protocole envisagé à mettre en œuvre est le suivant :

1^{ère} étape : Réaliser le mélange

- d'un volume $V_2 = 20$ mL de la solution solution S_2 de sulfate de nickel (Ni^{2+} , SO_4^{2-}) de concentration C_2
- d'un volume $V_1 = 10$ mL d'une solution S_1 de soude de concentration C_1 fournie .
- d'un volume $V_{eau} = 50$ mL d'eau distillée

On désigne par S la solution obtenue et par V_0 son volume total .

2^{ème} étape : Réaliser le dosage de la totalité de la solution S par une solution aqueuse d'acide éthanoïque CH_3COOH de concentration $C = 0,5$ molL⁻¹ ; le dosage est suivi par conductimétrie .

Q1. Rappeler la signification des mots « dosage » et « titrage » ; rappeler succinctement le principe d'un titrage .

définitions 1 **Principe – schema avec burette nécessaire :** 1

Q2. Préparation de la solution titrante .

On dispose d'acide éthanoïque dont les caractéristiques sont les suivantes :

Acide acétique ≥ 96 %	Formule: H_3CCOOH MW: 60,05 g/mol Melting Pt: 16,6 °C Boiling Point : 118°C (1013 hPa) Masse volumique: 1,05 g/cm ³ (20 °C)	
----------------------------	--	---

Déterminer la masse puis le volume d'acide éthanoïque à prélever pour préparer 250 mL de la solution souhaitée .

Après vérification des valeurs calculées , réaliser la solution .

Le titre de la solution d'acide éthanoïque sera vérifié au cours de la séance sur un échantillon de 5 mL à l'aide d'un titrage acido basique colorimétrique par une solution de soude ($C^* = 0,35 \pm 0,01$ molL⁻¹).

☞ Le poste réservé à ce titrage est commun à tous les binômes et se trouve sous la hotte au fond de la salle .

* La valeur précise de cette concentration sera indiquée le jour du TP .

Matériel justifié pour préparation de la solution : fiole jaugée : 1 / **Pesée pour souci de précision :** 1

Calcul de m et V : 1

Titrage :

Choix justifié de l'indicateur coloré : 1

Valeurs de V_e notées sur le CR : 1 (il faut 2 valeurs de V_e .)

Conclusion : calcul montrant que valeur de V_e et masse pesée sont bien cohérents 1

Q3. Avant de mettre en œuvre le protocole encadré ci-dessus, indiquer la chaîne de mesure et les précautions expérimentales liées à la conductimétrie et à la réalisation du titrage.

Rappels sur la conductimétrie : **2 points à condition que l'on trouve sur le CR la conductance G, la conductivité s, la relation entre les 2, la nécessité de travailler avec des concentrations faibles (pour que l'° puisse être constante), la nécessité de négliger la dilution pour avoir des segments de droite**

Q4. Réaliser le tirage et tracer la courbe donnant les variations de la conductivité de la solution σ en fonction du volume V versé de solution titrante.

Le logiciel Régressi est à votre disposition.

Préparation de la solution : matériel justifié pour prélever les 2 solutions et l'eau : 2

Présence d'un précipité noté sur le CR : 1

Courbe $\sigma(V)$ annotée : grandeurs + unité en abscisse et ordonnée / points judicieux : 1

Q5. Interprétation de la courbe précédente.

Données : les ions sulfate SO_4^{2-} et Ni^{2+} sont indifférents sur le plan acido-basique
conductivités molaires ioniques

Ion	Na^+	HO^-	Ni^{2+}	SO_4^{2-}	CH_3COO^-
$\lambda^\circ (\text{Scm}^2 \text{mol}^{-1})$	50	198	44	80	40

5a. Quel est l'intérêt de l'ajout de 50 mL d'eau distillée lors de la préparation de la solution S ? **1**

5b. Associer à chacune des parties de la courbe une réaction de dosage. Justifier à l'aide de la courbe expérimentale que la solution S contient un excès d'ions HO^- et montrer que l'expérience permet de déterminer les valeurs de C_1 et C_2 .

Analyse de la solution à partir des observations 1

3 hypothèses possibles : 1

Décroissance permettant de choisir l'hypothèse HO- en excès : 1

Equations bilan des 2 réactions support 2

Relations aux équivalences qui justifient la possibilité de déterminer C1 et C2 2

5c. Déterminer précisément la valeur de C_2 . Quelles sont les sources d'incertitude sur cette valeur ?

Tracé des segments de droite sur la courbe : **1**

Valeur de C_2 : 1

Sources d'erreurs : 1

Q6. Etablir l'expression de la conductivité σ en fonction du volume V de solution d'acide éthanóique versé.

3 expressions, une pour chaque partie de courbe : 3

Q7. Indiquer si un suivi pH-métrique du titrage est envisageable ; la justification suppose de prévoir l'allure de la courbe que l'on obtiendrait si on suivait le dosage par pH-métrie. Les constantes K_a ($\text{CH}_3\text{COOH} / \text{CH}_3\text{COO}^-$) et $K_s(\text{Ni}(\text{OH})_{2(s)})$ pourraient-elles être déterminées à partir de cette dernière courbe ?

Allure de la courbe pH(V) : **1**

Point particulier permettant de déterminer K_a 1

Point particulier permettant de déterminer K_s : 1

Q8. Commenter le protocole expérimental encadré retenu pour doser la solution S_2 , discuter en particulier du volume de soude utilisé.

Le logiciel DOZZZAQUEUX est à votre disposition.

Courbes tracées avec le logiciel : 1

Conclusion, soude en excès : 1

Annexe :**■Caractéristiques physico-chimiques des principaux produits utilisés**

Sulfate de nickel hexa hydraté	Formule: NiSO ₄ ·6H ₂ O Poids moléculaire: 262,85 g/mol Point de fusion: 840 °C Densité: 2,07 g/cm ³ (20 °C)	
Acide acétique ≥ 96 %	Formule: H ₃ CCOOH MW: 60,5 g/mol Melting Pt: 16,6 °C Boiling Point : 118°C (1013 hPa) Masse volumique: 1,05 g/cm ³ (20 °C)	
Solution de soude (Hydroxyde de sodium)	Formule: NaOH Poids moléculaire: 40 g/mol Point d'ébullition: >105 °C (1013 hPa) Densité: 1,327 g/cm ³ (20 °C)	

■Indicateurs colorés disponibles et zones de virage

Bleu de bromothymol 6,0 (Jaune) – 7,6 (bleu)

Phénolphtaleine : incolore en dessous de 8,5 et colorée au dessus

Hélianthine 3,4 (rose) - 4,4 (jaune)