

TP1 : Titrage d'une solution d'acide oxalique

L'acide oxalique (acide éthanedioïque) est le plus simple des diacides carboxyliques ; c'est un produit chimique naturellement présent dans la nature sous la forme d'oxalate de potassium, par exemple dans l'oseille ou dans la rhubarbe.

Il est principalement utilisé comme agent de blanchiment du bois, produit détachant textile pour le nettoyage des taches de rouille, de transpiration, de sang, d'aliments, d'huiles, de vernis, d'encre.



Il est disponible commercialement sous la forme d'un solide cristallisé dihydraté $[H_2C_2O_4 \cdot 2 H_2O]$.

Les deux couples acido-basiques associés à ce diacide sont caractérisés par les constantes d'acidité telles que $pK_{a1} = 1,2$ et $pK_{a2} = 4,3$.

Objectif du TP : Déterminer **précisément** la concentration de la solution aqueuse d'acide oxalique préparée à partir du produit commercial.

Première partie : Préparation de la solution d'acide oxalique.

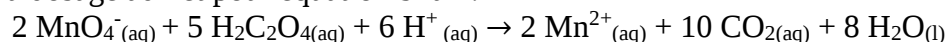
1. Indiquer le protocole à suivre pour préparer 100 mL d'une solution aqueuse d'acide oxalique à partir d'une masse précise de l'ordre de 1 g de l'acide commercial.
2. Après vérification mettre en œuvre ce protocole ; la solution ainsi obtenue est désignée par S_0 et sa concentration par C_0 .

Deuxième partie : Première méthode de titrage, titrage redox avec suivi colorimétrique

Protocole :

- Prélever $V_0 = 10,00$ mL de la solution d'acide oxalique S_0 que l'on introduit dans un erlenmeyer, ajouter 10 mL d'acide sulfurique à $1,0 \text{ mol.L}^{-1}$. Mettre sous agitation et porter la solution à une température de 60°C .
- Titrer la solution S_0 avec une solution aqueuse de permanganate de potassium ($K^+_{(aq)} + MnO_4^-_{(aq)}$) de concentration $C_1 = 5,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$. Introduire lentement la solution titrante en attendant que la décoloration se produise car la réaction est lente à se réaliser en tout début de titrage.
- Continuer à verser la solution titrante jusqu'à ce que la teinte rose de la solution n'évolue plus.

La réaction support du dosage admet pour équation bilan :



3. En déduire la valeur de la concentration C_0 et comparer à celle déduite de la masse d'acide oxalique utilisée, commenter.

☞ rappel : cette concentration doit être déterminée PRECISEMENT, ce qui suppose un calcul d'incertitude

Troisième partie : Deuxième méthode de titrage ; titrage acido-basique avec suivi pH-métrie et conductimétrie.

On dispose d'une solution aqueuse de soude titrée de concentration $C = (1,00 \pm 0,01) \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$.

4. Justifier que le choix de cette solution est pertinent pour titrer une solution d'acide oxalique. Evaluer le volume de solution de soude nécessaire au titrage des 2 acidités de l'acide oxalique, commenter.

5. Préparer 50 mL d'une solution d'acide oxalique de concentration $C = C_0 / 10$, cette solution est désignée par solution S.

On envisage de suivre le titrage de la solution S simultanément par pH-métrie et conductimétrie.

6. Pour chacune des 2 méthodes :

- indiquer son principe, préciser la grandeur réellement mesurée et sa relation avec le pH ou la conductivité σ de la solution.
- préciser si un étalonnage est nécessaire ou pas et décrire le protocole permettant de le réaliser.
- dresser la liste du matériel nécessaire.

7. Réaliser le titrage sur un échantillon de 10 mL de la solution S auquel on aura rajouté 40 mL d'eau distillée.

Les valeurs mesurées seront sauvegardées dans un fichier Regressi (extension rw3) : Regressi / Fichier / nouveau / Clavier / V, pH, σ

☞ le volume V (de solution titrante versé) sera nécessairement la première variable expérimentale introduite.

Exploitation et analyse des courbes de titrage

8. En justifiant la démarche retenue, déterminer à partir de chacune des courbes la concentration de la solution S_0 .

☞ rappel : cette concentration doit être déterminée PRECISEMENT, ce qui suppose un calcul d'incertitude.

Comparer la valeur évaluée à celle déduite de la masse d'acide oxalique utilisée, commenter.

9. Interpréter l'allure de la courbe obtenue par conductimétrie. Proposer pour chacune des parties de la courbe une réaction chimique permettant de modéliser les phénomènes se produisant lors de l'introduction de la solution titrante.

10. Préciser la composition quantitative de la solution contenue dans le bécher pour $V = 0$ mL. Retrouver par le calcul la valeur du pH pour $V = 0$ mL.

11. Proposer une méthode permettant de déterminer les valeurs des constantes d'acidité K_{a1} et K_{a2} à partir de la courbe pH (V). Comparer les valeurs obtenues à celles indiquées en tout début de TP.

12. Proposer si c'est possible une expression de la conductivité de la solution σ en fonction du volume V

13. Superposez la courbe pH (V) expérimentale à celle obtenue par simulation en utilisant le logiciel DOZZZAQUEUX, commenter.

A l'aide de ce logiciel, commenter l'ajout des 40 mL d'eau à l'échantillon dosé et regarder l'influence de la concentration sur l'allure des courbes de dosage. (on fera varier dans un même rapport les concentrations des solutions d'acide et de soude)

Données :

Acide oxalique $H_2C_2O_4 \cdot 2 H_2O$ N° CAS: 6153-56-6	$M = 126,07 \text{ g/mol}$ Point de fusion: 101°C Densité: $1,65 \text{ g/cm}^3 (20^\circ\text{C})$	 
Acide sulfurique H_2SO_4	Solution aqueuse 1 molL^{-1}	
Permanganate de potassium $KMnO_4$	Solution aqueuse $0,05 \text{ molL}^{-1}$	
Soude	Solution aqueuse $0,01 \text{ molL}^{-1}$	