

TP9 : Synthèse et analyse d'un complexe du cuivre

Capacité exigible du programme : Préparer, analyser, caractériser ou déterminer la constante de formation d'un complexe d'une entité du bloc d.

Mettre en oeuvre une réaction de complexation pour réaliser une analyse qualitative ou quantitative en solution aqueuse.

Toutes les données numériques nécessaires au TP se trouvent dans l'annexe en fin de TP .

Préliminaires : le cuivre est un métal de transition de numéro atomique $Z = 29$. Préciser la configuration électronique dans l'état fondamental attendue d'après la règle de Kleschkowski .

En fait la configuration électronique s'écrit $[Ar] 4s^1 3d^{10}$, proposer une interprétation.

Quelle est la forme ionique du cuivre essentiellement présente en solution aqueuse ? Expliquer l'instabilité de l'ion cuivreux Cu^+ .

Première partie : synthèse du complexe**Réactifs et solutions mis à votre disposition**

[CuCl ₂ , 2 H ₂ O] Chlorure de cuivre (II)	Formule: CuCl ₂ ·2H ₂ O MW: 170,48 g/mol Melting Pt: 100 °C Masse volumique: 2,54 g/cm ³ (20 °C)	
H ₂ N-CH ₂ -CH ₂ -NH ₂ ou en éthylènediamine ou 1,2-diaminoéthane	Formule: C ₂ H ₈ N ₂ MW: 60,1 g/mol Point d'ébullition: 117 °C (1013 hPa) Melting Pt: 8,5 °C Masse volumique: 0,898 g/cm ³ (20 °C)	
Solution d'acide chlorhydrique 6 molL ⁻¹	Formule: HCl MW: 36,46 g/mol Masse volumique: 1,06 g/cm ³ (20 °C)	

1.Expérience préliminaire

Dans un tube à essais , dissoudre quelques grains de chlorure de cuivre (II) dans quelques mL d'eau distillée.
Dans un deuxième tube à essais , dissoudre quelques grains de cuivre (II) dans quelques mL d'éthylène diamine ; boucher le tube .
Observer et interpréter .

2. Synthèse

- Sous une **hotte** , ajouter avec précaution 3 g d'éthylènediamine à 10 mL d'eau ...**Comment procéder ?**
- Dans un ballon de 250 mL , introduire 7 g de chlorure de cuivre (II) puis 60 mL de la solution d'acide chlorhydrique 6 molL⁻¹ , agiter et chauffer à environ 60°C .
- Filtrer et sécher le produit solide obtenu : il s'agit du complexe sous forme solide , on le notera P1
- Evaluer la masse du produit P1 brut .

3. Première approche qualitative de la formule du complexe .

On admettra que le complexe ne fait intervenir qu'un seul ligand , sa formule sera notée CuL_x , il est éventuellement chargé .

A partir des observations expérimentales et après avoir fait un bilan des espèces nucléophiles présentes dans le milieu lors de la synthèse , déterminer la nature du ligand L .

Deuxième partie : analyse du complexe

■ Réactifs et solutions mis à votre disposition

Solution d'iodure de potassium (K^+ , I^-) à 10%
Solution de thiosulfate de sodium (2Na^+ , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$) $C_S = 0,03 \text{ molL}^{-1}$
Solution de nitrate d'argent (Ag^+ , NO_3^-) $C_{\text{Ag}} = 0,05 \text{ molL}^{-1}$
Thiodène
Thiocyanate de potassium (KSCN)

4. Préparer une solution S en dissolvant une masse connue voisine de 0,150 g de produit P1 dans 100 mL d'eau.

S'assurer que le produit P1 est bien dissous , chauffer éventuellement mais alors laisser refroidir avant d e procéder aux expériences suivantes .

► A partir de la coloration de la solution obtenue , écrire le bilan de la réaction de dissolution du produit P1.

5. Proposer une méthode permettant de déterminer la quantité de matière (en moles) de ligand L dans la solution S . On précisera le montage utilisé , les précautions à prendre .

Le dosage sera réalisé sur un échantillon de volume $V_1 = 25,0 \text{ mL}$ de la solution S.

Déterminer la quantité de matière n (L) en moles de ligand présent dans la solution S .

6. On souhaite également déterminer la quantité de cuivre présente dans la solution S .

Pour cela , on propose le protocole expérimental suivant

- Dans un bécher de 150 mL , on ajoute 5 mL de la solution fournie d'iodure de cuivre (K^+ , I^-) à 50,0 mL de la solution S .

► **Observer et interpréter , écrire l'équation bilan de la réaction qui se produit et évaluer sa constante d'équilibre.**

- Doser la totalité du mélange hétérogène obtenu par la solution fournie de thiosulfate de sodium .

Au cours du dosage , ajouter 1 g environ de thiocyanate de potassium qui s'adsorbe fortement et préférentiellement sur le solide présent : l'espèce à doser qui a aussi tendance à s'adsorber sur le solide est ainsi libérée se retrouve totalement en solution .

► **Déterminer la quantité de matière n (Cu) en moles de cuivre présent dans la solution S .**

7. A partir des résultats expérimentaux , déterminer la formule du complexe et celle du produit P1 .
Calculer le rendement de la synthèse du complexe sous forme solide .

Annexe

■ Potentiels redox standard :

couple	$\text{Cu}^{2+} / \text{Cu}$	$\text{Cu}^{2+} / \text{Cu}^+$	I_2 / I^-	Ag^+ / Ag	$\text{S}_4\text{O}_6^{2-} / \text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
$E^\circ \text{ (V)}$	0,34	0,16	0,62	0,80	0,09

■ Produits de solubilités à 25 ° C

$\text{AgCl}_{(s)}$ $pK_S = 9,7$ $\text{Cu}(\text{OH})_{2(s)}$ $pK_S = 18,2$ $\text{CuI}_{(s)}$ $pK_S = 12$

■ Constantes d'acidités des couples acide –base associés à l'éthylènediamine $pK_{a1} = 7$ $pK_{a2} = 10$

Diagramme E-pH du cuivre

