TP n°10

Étalonnage d'une solution de thiosulfate de sodium

Objectif :

Les solutions aqueuses de thiosulfate de sodium $Na_2S_2O_3$ sont des solutions réductrices courantes au laboratoire. Placées dans une pissette, elles permettent de détruire rapidement des oxydants dangereux à la fin d'une expérience, ou en cas de dispersion accidentelle. Lorsqu'elles sont de concentration précisément connue, elles permettent également de titrer de nombreux oxydants.

On rappelle que l'ion thiosulfate est le réducteur du couple $S_4O_6^{2-}/S_2O_3^{2-}$ (l'ion $S_4O_6^{2-}$ est communément appelé ion tétrathionate). Le potentiel standard de ce couple vaut : $E° = +0{,}08$ V.

On s'intéresse dans cette expérience à une solution de thiosulfate de sodium qui a été préparée il y a quelque temps à une concentration inscrite sur le flacon : $C = 0{,}24$ mol·L^{-1}. En raison de l'oxydation par le dioxygène de l'air notamment, lors de l'entreposage de la solution, la concentration précise des ions thiosulfate n'est plus garantie. Cette solution devant être utilisée ultérieurement pour un titrage, votre objectif est de procéder à son **étalonnage**, c'est-à-dire de déterminer la concentration de cette solution en ions $S_2O_3^{2-}$ le plus précisément possible.

Pour cela, vous devrez :

- vous approprier les différentes informations données ci-après ;
- élaborer un protocole pour remplir l'objectif (*appeler le professeur pour validation*) ;
- mettre en œuvre ce protocole ;
- exploiter les résultats ; présenter vos calculs et vos résultats (concentration de la solution de thiosulfate et son incertitude) de manière claire sur une fiche compte-rendu (*présenter cette fiche au professeur*) ;
- collecter les résultats de tous les binômes et en déduire une évaluation type A de l'incertitude ; comparer à votre résultat et conclure.

Informations :

1) Le **titrage du thiosulfate de sodium par le diiode** (ou l'inverse) est un titrage très classique au laboratoire. La réaction support de titrage est quasi-totale et quasi-instantanée et, pour détecter commodément la fin de cette réaction, on dispose d'un indicateur coloré du diiode, **l'empois d'amidon** (suspension d'amidon dans de l'eau). En présence de cet indicateur, le diiode, qui est d'un brun très pâle en solution aqueuse, difficilement repérable à faible concentration, s'associe avec l'amidon pour former un **complexe noir violacé**. Ce complexe ne protège pas le diiode de la réduction par le thiosulfate, mais il permet de repérer très efficacement la présence de traces de diiode en solution.

2) Pour réaliser une solution de concentration très précisément connue au laboratoire, il faut utiliser un **étalon primaire**.

Un étalon primaire est un composé solide pur qui sert de référence pour effectuer des étalonnages avec le maximum de précision et de répétabilité. Un étalon primaire doit répondre à un certain nombre de critères :
- il doit être très pur ;
- il doit être stable dans l'air (non oxydable, non sublimable...) ;
- sa composition cristalline doit être anhydre (de façon à éviter toute déshydratation et/ou réhydratation en fonction du taux d'hygrométrie du laboratoire) ;
- il doit se dissoudre facilement dans le solvant de titrage ;
- il doit avoir une masse molaire élevée afin de minimiser l'erreur relative de pesée ;
- il doit être peu cher ;
- il doit être non toxique.

Dans cette séance, on met à votre disposition de l'iodate de potassium, de formule KIO_3, qui répond de manière satisfaisante à la plupart des critères ci-dessus et que l'on peut dès lors considérer comme un étalon primaire.

3) En plus de l'étalon primaire KIO_3, vous disposez d'une solution d'iodure de potassium à 10%, ainsi que des solutions d'acides ou de bases courantes au laboratoire.

On fournit le diagramme potentiel-pH de l'iode :

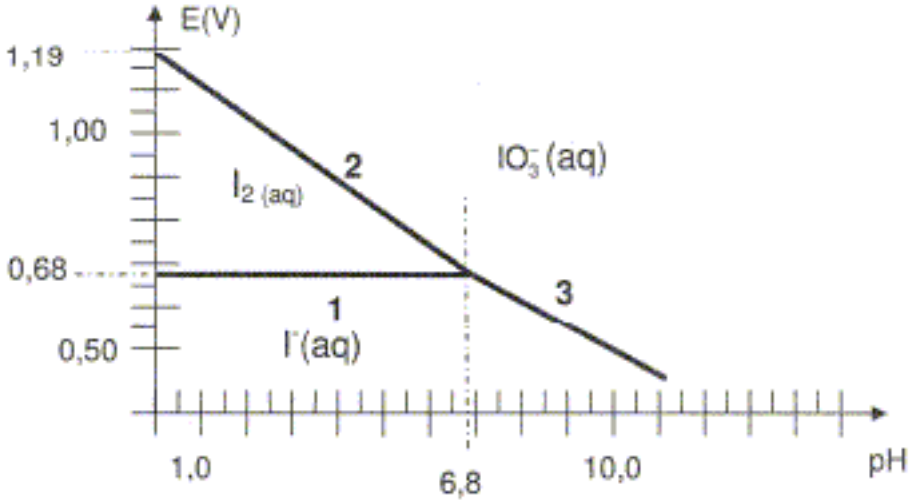

Diagramme potentiel-pH simplifié de l'iode en solution aqueuse
Concentration de tracé : 0,01 mol·L^{-1}
Convention de frontière de prédominance : égalité en atomes

Remarque : Sous forme moléculaire I_2, le diiode est très peu soluble dans l'eau. Ce n'est pas surprenant car il s'agit d'une molécule apolaire et évidemment incapable de réaliser de liaison hydrogène avec l'eau. Cependant, en présence d'un excès d'ions iodure, le diiode s'associe avec ces derniers selon : $I_2 + I^- = I_3^-$. Les ions triiodure ainsi obtenus possèdent des propriétés redox similaires au diiode, tout en garantissant une très bonne solubilité du diiode sous cette forme.
Pour simplifier, on modélisera toujours le diiode par le constituant $I_{2\,(aq)}$ dans les réactions de ce TP, même si une grande partie de ce diiode est en fait sous forme $I_{3\,(aq)}^-$.

4) Les **autres données** nécessaires à l'établissement du protocole (fiches de sécurité, masses molaires…) seront à rechercher par vos soins.

NOM :

Grille d'évaluation TP n°10

Compétences générales		A	B	C	D
S'approprier	Rechercher et organiser l'information en lien avec une situation expérimentale Énoncer une problématique d'approche expérimentale Identifier les grandeurs pertinentes, leur attribuer un symbole Acquérir de nouvelles connaissances en autonomie				
Analyser	Proposer une démarche expérimentale s'appuyant sur l'utilisation d'un diagramme potentiel-pH Concevoir un protocole de titrage indirect Évaluer des ordres de grandeur				
Réaliser	Mettre en œuvre un protocole de titrage indirect				
Valider	Exploiter des observations, des mesures, en estimant les incertitudes				
Communiquer	Présenter les étapes de sa démarche à l'oral, de manière synthétique et organisée Rédiger une synthèse et la présenter à l'oral Utiliser un vocabulaire scientifique précis				

Capacités spécifiques
mesures et incertitudes
Identifier les incertitudes liées à l'opérateur, aux instruments ou à la méthode de mesure Procéder à une l'évaluation d'une incertitude-type par une approche statistique (évaluation de type A) Évaluer une incertitude-type de type B en utilisant une formule de composition des incertitudes Écrire, avec un nombre adapté de chiffres significatifs, le résultat d'une mesure Comparer deux valeurs dont les incertitudes-type sont connues à l'aide de leur écart normalisé Mesurer des volumes avec le matériel adapté à la précision requise Mesurer une masse avec une balance de précision
réalisation et exploitation d'un titrage
Identifier et exploiter la réaction support de titrage Définir et repérer l'équivalence d'un titrage en utilisant un indicateur de fin de titrage Justifier la nécessité de faire un titrage indirect Exploiter un titrage indirect pour en déduire la concentration d'une espèce dosée