

TP n°13

Titrages par complexation

Objectifs :

On fournit deux solutions à analyser :

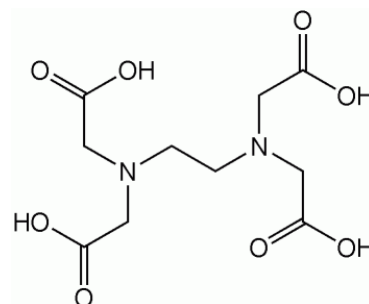
- une solution de chlorure de magnésium $MgCl_2$, de concentration C_1 ;
- une solution de chlorure de nickel $NiCl_2$, de concentration C_2 .

Il vous est demandé de déterminer le plus précisément possible les valeurs de C_1 et de C_2 .

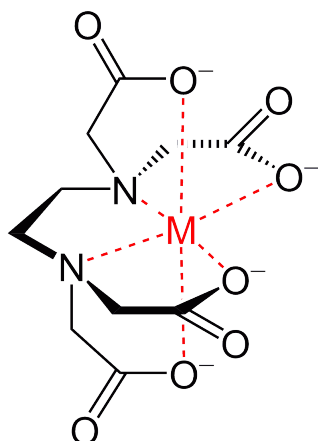
Solution titrante disponible :

Vous disposez pour le titrage d'une solution titrée d'EDTA, dont la concentration est inscrite sur le flacon.

L'EDTA est l'acide éthylène diamine tétracétique (formule ci-contre). Il s'agit d'un tétraacide, dont les pK_a successifs sont : 2,0 ; 2,6 ; 6,2 et 10,3.



forme acide H_4Y de l'EDTA



Sous sa forme totalement déprotonnée Y^{4-} , l'EDTA est un excellent complexant pour de nombreux cations métalliques. Il possède en effet six sites basiques au sens de Lewis, ce qui lui donne un caractère de ligand hexadenté. Il peut ainsi « séquestrer » de très nombreux cations.

Cette propriété le rend incontournable, il est ainsi utilisé dans l'industrie papetière, la photographie, les industries de l'hygiène et de l'alimentaire... mais son usage est toutefois limité par sa toxicité et sa faible biodégradabilité.

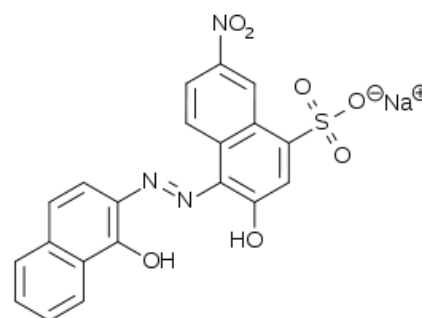
Les complexes entre l'EDTA et les cations métalliques sont généralement incolores, ou très peu colorés.

Indicateur coloré disponible :

Le noir érichrome T (NET) est également un bon complexant des ions métalliques.

Il s'agit d'un diacide (formule ci-contre), dont les pK_a successifs sont : 6,4 et 11,5.

Les couleurs de cet indicateur diffèrent selon la forme acido-basique : H_2I^- est rouge, HI^{2-} est bleu et I^{3-} est orange.



forme acide H_2I^- , Na^+ du NET

Le NET forme des complexes fortement colorés avec la plupart des ions métalliques.

En particulier, le complexe formé en présence de Mg^{2+} est rouge.

Les complexes entre Mg^{2+} et l'EDTA sont beaucoup plus stables que les complexes avec le NET.

Utilisation d'un tampon ammoniacal

L'ensemble des titrages seront réalisés en milieu tamponné à $\text{pH} = 10,0$. Ce pH permet à une quantité d'EDTA suffisante d'être sous sa forme complexante Y^{4-} , au NET d'avoir une couleur adaptée au titrage, et au milieu de ne pas être trop basique pour éviter la précipitation d'hydroxydes métalliques comme $\text{Mg}(\text{OH})_2$.

On ajoutera pour cela dans chaque solution à titrer un volume d'environ 10 mL de solution tampon de $\text{pH} = 10,0$ fournie.

1) Dosage de la solution de MgCl_2 , détermination de C_1 :

- Sachant que la valeur de C_1 est voisine de $0,01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$, proposer un protocole pour réaliser le titrage.
Note : en raison de la cinétique un peu lente des réactions de complexation et d'échange de ligands, on réalisera le titrage sur un agitateur magnétique chauffant, et on portera la solution à une température de $50^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$.
- Réaliser l'exploitation du titrage : écrire la réaction support de titrage, déterminer la valeur de C_1 assortie de son incertitude.

2) Dosage de la solution de NiCl_2 , détermination de C_2 :

Le problème de ce titrage est que la cinétique d'échange de ligands entre l'EDTA et le NET est extrêmement lente, même si l'on chauffe comme précédemment. On ne peut donc pas procéder à un titrage direct comme pour les ions Mg^{2+}

On va donc procéder à un **dosage en retour** (ou **titrage d'excès**), dont le protocole est le suivant :

- Remplir une burette graduée de la solution de chlorure de magnésium précédemment dosée.
- Dans un becher forme haute ou un erlenmeyer, introduire précisément 20 mL de la solution de NiCl_2 à doser et 30 mL de la solution titrée d'EDTA, ce qui permet que celui-ci soit apporté en large excès. Ajouter environ 10 mL de solution tampon. Agiter sur agitateur magnétique chauffant et porter la solution à une température de $50^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$.
- Ajouter alors une pointe de spatule de NET et effectuer immédiatement le titrage par la solution d'ions Mg^{2+} jusqu'au virage de l'indicateur
- Réaliser l'exploitation du titrage : écrire les réactions qui se sont produites, puis déterminer la valeur de C_2 assortie de son incertitude.

NOM :

Grille d'évaluation TP n°13

Compétences générales		A	B	C	D
S'approprier	Organiser l'information en lien avec une situation expérimentale				
Analyser	Proposer une stratégie pour réaliser un dosage et proposer un modèle associé (réaction support de titrage) Justifier ou concevoir un protocole de titrage				
Réaliser	Mettre en œuvre un protocole de titrage				
Valider	Exploiter des observations, des mesures, en identifiant les sources d'erreurs et en estimant les incertitudes Proposer des améliorations de la démarche ou du modèle				
Communiquer	Présenter ses résultats à l'oral en présentant correctement les résultats numériques (nombre de chiffres significatifs, incertitude, unité) Utiliser un vocabulaire scientifique adapté				

Capacités spécifiques
<i>mesures et incertitudes</i>
Mesurer des volumes avec le matériel adapté à la précision requise Évaluer une incertitude-type de type A Évaluer une incertitude élargie de type A associée à un intervalle de confiance à 95% Évaluer une incertitude-type de type B, utiliser une formule de composition des incertitudes Présenter un résultat par une valeur et son incertitude associée
<i>réalisation et exploitation d'un titrage</i>
Utiliser une solution tampon de façon pertinente Identifier et exploiter la réaction support de titrage Définir et repérer l'équivalence d'un titrage Déterminer les conditions optimales qui permettent à l'équivalence et au repérage de la fin du titrage de coïncider Justifier la nécessité de faire un titrage d'excès Exploiter un titrage direct ou un titrage d'excès pour en déduire la quantité ou le titre d'une espèce dosée

Note :