

CONCOURS GÉNÉRAL DES LYCÉES

SESSION DE 2005

CHIMIE DE LABORATOIRE ET DES PROCÉDÉS INDUSTRIELS

(Classes de Terminales STL - CLPI)

PARTIE B

CHIMIE INORGANIQUE

Deux méthodes de dosage d'une solution de dichromate de potassium

TRAVAIL A EFFECTUER

1. Etalonnage d'une solution d'hydroxyde de sodium par pesée d'acide oxalique dihydraté
2. Dosage de la solution (S) de dichromate de potassium par suivi pH-métrique
3. Dosage de la solution (S) de dichromate de potassium par spectrophotométrie dans le visible en utilisant la méthode de la gamme d'étalonnage

DONNEES

Masse molaire

Acide oxalique dihydraté : $M = 126,07 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$

pKa de différents couples acide/base

$\text{HCrO}_4^- / \text{CrO}_4^{2-}$: 6,4

$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 / \text{HC}_2\text{O}_4^-$: 1,2

$\text{HC}_2\text{O}_4^- / \text{C}_2\text{O}_4^{2-}$: 4,2

Indicateurs colorés acido-basiques

Nom de l'indicateur	Zone de virage
Hélianthine	3,1 à 4,4
Rouge de méthyle	4,2 à 6,2
Bleu de bromothymol	6,0 à 7,6
Rouge de crésol	7,2 à 8,8
Phénolphtaléine	8,0 à 9,9

MANIPULATIONS ET QUESTIONS

1. Etalonnage d'une solution d'hydroxyde de sodium

La concentration molaire volumique C_{HO^-} en ions hydroxyde de la solution d'hydroxyde de sodium est environ $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$. L'étalonnage est réalisé par pesées d'acide oxalique dihydraté $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

1.1. Mode opératoire

Peser avec exactitude une masse m d'acide oxalique dihydraté de l'ordre de $0,1 \text{ g}$. L'introduire dans un erlenmeyer et la dissoudre dans environ 20 cm^3 d'eau déminéralisée.

Ajouter 2 gouttes de phénolphtaléine et verser la solution d'hydroxyde de sodium contenue dans la burette jusqu'à l'équivalence. Noter le volume équivalent, V , correspondant.

Faire deux essais concordants.

1.2. Questions

Question 1. Ecrire l'équation de la réaction mise en jeu entre l'hydroxyde de sodium et l'acide oxalique en considérant que les deux acidités de l'acide oxalique sont dosées lorsque l'équivalence est détectée.

Question 2. Justifier le choix de l'indicateur coloré.

Question 3. Etablir la relation donnant la concentration C_{HO^-} en fonction de la masse m d'acide oxalique pesée, de la masse molaire moléculaire M de l'acide oxalique dihydraté et du volume équivalent V .

Remplir la feuille de résultats en annexe 2 et faire le calcul numérique de C_{HO^-} .

2. Dosage pH-métrique de la solution (S) de dichromate de potassium

La solution (S) de dichromate de potassium a une concentration molaire volumique en ions dichromate $C_{\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}}$ d'environ $0,04 \text{ mol.L}^{-1}$.

2.1. Mode opératoire

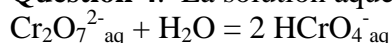
Dans un bécher, introduire $E_I = 10,00 \text{ cm}^3$ de solution de dichromate de potassium. Ajouter de l'eau déminéralisée si nécessaire et plonger le couple d'électrodes convenables. Titrer à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium précédemment étalonnée.

Tracer le graphe $\text{pH} = f(V_{\text{HO}^-})$. Soit V_I le volume équivalent.

Remplir la feuille de résultats et joindre le graphe.

2.2. Questions

Question 4. La solution aqueuse d'ions dichromate est le siège d'un équilibre régi par l'équation :



En déduire l'équation de la réaction de dosage.

Question 5. Etablir la relation donnant la concentration molaire volumique en ions dichromate

$C_{\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}}$ en fonction de C_{HO^-} , E_I et V_I .

Remplir la feuille de résultats en annexe 2 et calculer la valeur de $C_{\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}}$.

3. Dosage spectrophotométrique de la solution d'ions $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$

3.1. Préparation de la gamme d'étalonnage

La gamme étalon est préparée à partir d'une solution **étalon** de dichromate de potassium de concentration molaire volumique C_E , en ions dichromate connue exactement et voisine de $0,015 \text{ mol.L}^{-1}$. (La valeur exacte de C_E sera fournie par le jury).

Préparer 5 solutions diluées de dichromate de potassium de concentration C_n en diluant $n \text{ cm}^3$ de solution étalon dans des fioles jaugées de $100,0 \text{ cm}^3$ conformément au tableau suivant :

Fiole n°	0	1	2	3	4
Volume de solution étalon n en cm^3	0	2,0	5,0	7,0	10,0
Volume de H_2SO_4 à 4 mol.L^{-1} en cm^3	40	40	40	40	40
Volume d'eau	q.s.p. $100,0 \text{ cm}^3$				

3.2. Choix de la longueur d'onde de travail

Question 6. A partir du spectre réalisé dans le visible (entre 400 et 600 nm) d'une solution acide de dichromate de potassium fourni en annexe 1, indiquer en justifiant la réponse, à quelle longueur d'onde il convient de se placer pour réaliser ce dosage.

3.3. Préparation de l'essai

Réaliser, cette fois, à partir de la solution (S) de dichromate de potassium, une solution-fille (S') dont la préparation correspond au protocole suivant : dans la fiole N°5, mettre $3,0 \text{ cm}^3$ de (S), y ajouter 40 cm^3 d'acide sulfurique à 4 mol.L^{-1} et compléter avec de l'eau déminéralisée jusqu'au trait de jauge. .

3.4. Mesure des absorbances

Effectuer les mesures d'absorbances avec le spectrophotomètre UV-Visible après avoir vérifié le réglage de la longueur d'onde de travail.

Faire le blanc avec la fiole N° 0.

Tracer la courbe d'étalonnage $A = f(C_n)$.

Valider la gamme d'étalonnage en calculant le coefficient de corrélation de la régression linéaire.

3.5. Exploitation des résultats

Question 7. Donner la relation de Beer-Lambert en précisant la signification des lettres utilisées et en donnant les unités des différentes grandeurs. Préciser les conditions d'application de cette loi.

Question 8. Déterminer la valeur de la concentration molaire volumique en ions dichromate de la solution (S') à partir de la mesure d'absorbance faite sur la solution de la fiole N° 5. En déduire alors la valeur de la concentration molaire volumique en ions dichromate de la solution (S).

Compléter la feuille de résultats en **annexe 2** (à rendre avec la copie).

Annexe 2 à rendre avec la copie

Numéro candidat :

Nom :

FEUILLE DE RESULTATS

1. Etalonnage de la solution d'hydroxyde de sodium

(Précision : 0,5 %)

	Masse m (g)	Volume V (mL)	Concentration (mol.L ⁻¹)
<i>Essai 1</i>			
<i>Essai 2</i>			
Essai 3 (éventuel)			

$$C_{\text{HO}^-} = \quad \pm \quad \text{mol.L}^{-1}$$

2. Dosage pHmétrique de la solution (S) d'ions dichromate

(Précision : 1 %)

Volume à l'équivalence : $V_I =$

$$C_{\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}} = \quad \pm \quad \text{mol.L}^{-1}$$

3. Dosage spectrophotométrique de la solution (S) d'ions dichromate

(Précision : 2 %)

Fiole	0	1	2	3	4	5
C_n (mol.L ⁻¹)						
Absorbance						

$$\text{Solution (S')} : C_{\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}} = \quad \pm \quad \text{mol.L}^{-1}$$

$$\text{Solution (S)} : C_{\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}} = \quad \pm \quad \text{mol.L}^{-1}$$

Annexe 3

SPECTRE DU DICHROMATE DE POTASSIUM EN MILIEU ACIDE SULFURIQUE REALISE ENTRE 400 ET 600 NANOMETRES

