



Détermination de la formule d'un complexe

Titrages (toutes sortes), Résine échangeuse d'ions

La blouse et les lunettes de protection seront portées pendant toute la durée de la séance.

Chaque groupe dispose de 600 mg d'un sel contenant un complexe de cobalt. La formule brute du sel est de la forme $\text{CoCl}_n(\text{NH}_3)_p(\text{H}_2\text{O})_q$. L'objectif de la séance étant de déterminer sa formule.

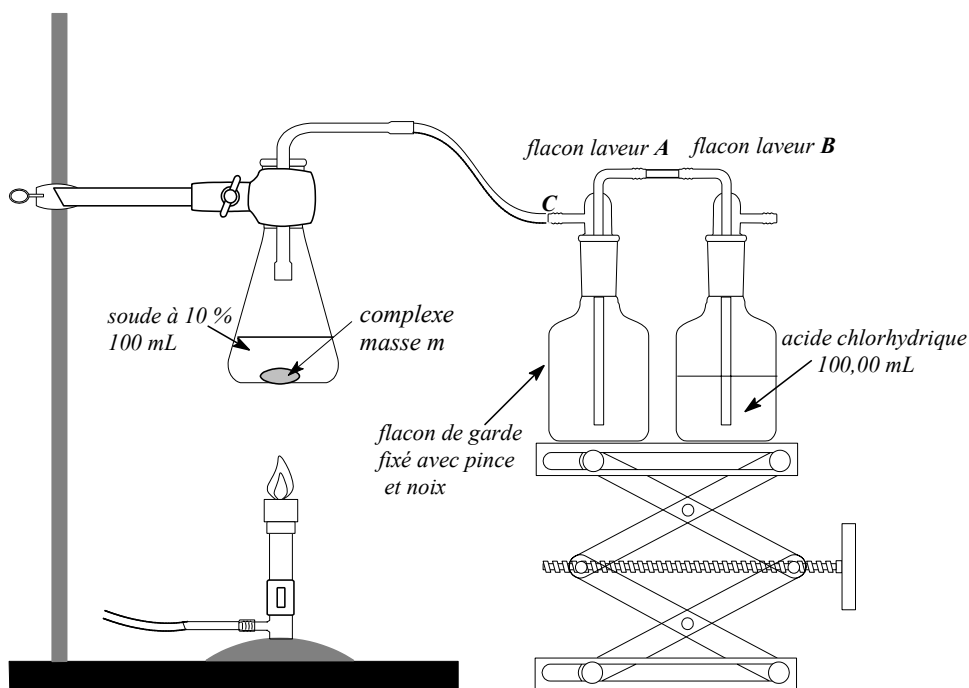
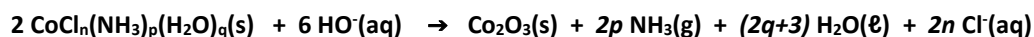
Pour cela, une démarche en deux temps est proposée, chaque partie étant prise en charge par un binôme/trinôme différent :

1. Décomposition du complexe en milieu basique pour en déduire sa masse molaire et la valeur de p ,
2. Analyse d'un éluat par dépôt d'une solution aqueuse du complexe sur une résine échangeuse de cations pour déterminer n et q .

1. Décomposition du complexe

A – Décomposition du complexe

Sous l'effet d'un chauffage, la soude décompose le complexe. Cette transformation est modélisée par l'équation de réaction :



**Le montage est déjà partiellement réalisé.
Attention aux consignes données concernant le chauffage de l'erlenmeyer.**

- Peser 0,5 g du sel. Noter précisément la masse prélevée. L'introduire dans un erlenmeyer de 250 mL contenant environ 100 mL de soude à 10 % (m/v).
- Introduire dans le flacon laveur **B**, 200 mL d'acide chlorhydrique à 0,100 mol L⁻¹. Exceptionnellement, on utilisera une fiole jaugée de 200 mL pour prélever la solution.
- Chauffer modérément l'erlenmeyer au bec bunsen pendant quelques minutes, la virole à peine ouverte. Pour cela, le bec bunsen étant posé sur la pailleuse, effectuer des cercles plus ou moins large sous l'erlenmeyer.

Poursuivre le chauffage pendant quelques minutes après le ralentissement du débit gazeux dans le flacon laveur **B**.



Pendant le chauffage il est possible d'observer le siphonage du contenu du flacon laveur B vers le flacon de garde A lorsque le débit gazeux diminue, ce n'est pas dangereux et un chauffage un peu plus fort reverse la situation.

- Procédure pour la fin du chauffage :
 1. Débrancher le tuyau au niveau du point **C** en utilisant un chiffon.
 2. Arrêter le chauffage.
- Laisser refroidir la solution, un solide marron de trioxyde de dicobalt(III) Co₂O₃ se dépose.

B – Détermination de la masse molaire du sel

Données :

- Masses molaires : $M(\text{H}) = 1 \text{ g mol}^{-1}$; $M(\text{N}) = 14 \text{ g mol}^{-1}$; $M(\text{Cl}) = 35,5 \text{ g mol}^{-1}$; $M(\text{Co}) = 58,9 \text{ g mol}^{-1}$;
- Potentiels standard d'oxydoréduction :
 - I₃⁻/I⁻ E₁^o = 0,54 V
 - Co₂O₃(s)/Co²⁺ E₂^o = 1,7 V
 - S₄O₆²⁻/S₂O₃²⁻ E₃^o = 0,080 V

Procédure :

- Ajouter au contenu de l'erlenmeyer un turbulent, puis 3 g d'iodure de potassium, KI.
- Introduire dans l'ampoule de coulée 45 mL d'acide chlorhydrique à 6 mol L⁻¹. Ajouter, sous agitation, progressivement l'acide chlorhydrique jusqu'à dissolution complète du solide.
- Après avoir ramené le milieu réactionnel à la température ambiante, le titrer avec une solution de thiosulfate de sodium (2Na⁺, S₂O₃²⁻) de concentration molaire 0,100 mol L⁻¹. L'équivalence est repérée en introduisant juste avant l'équivalence une pointe de spatule de thiodène ou d'empois d'amidon.

Exploitation :

- ✓ Expliquer comment cette procédure permet d'accéder à la masse molaire du sel. La déterminer.

C – Détermination de p

Données :

- Constante d'acidité : NH₄⁺/NH₃ pK_A = 9,2
- Conductivités molaires :

Ions	H ₃ O ⁺	Na ⁺	NH ₄ ⁺	HO ⁻	Cl ⁻
λ ⁰ (S.mol ⁻¹ .m ²)	359,8.10 ⁻⁴	50,1.10 ⁻⁴	73,5.10 ⁻⁴	199,2.10 ⁻⁴	76,3.10 ⁻⁴

- Zones de virage des indicateurs colorés acido-basique :

Rouge de méthyle :	4,2-6,3	(rouge-jaune)
Bleu de bromothymol :	6,0-7,6	(jaune-bleu)
Phénolphtaléine :	8,3-10,0	(incolore-rouge)

Question préliminaire :

Un titrage par la soude du contenu des flacons est envisagé.

Quelles espèces acides contiennent désormais les flacons A et B ?

Procédure :

- Verser le contenu des flacons B et A dans un becher de 400 mL.



Elaborer un protocole

- Proposer une méthode de suivi du titrage acido-basique.
- A quel rythme allez-vous introduire la solution titrante ?
- Préparer un support écrit sommaire pour présenter votre protocole au professeur.

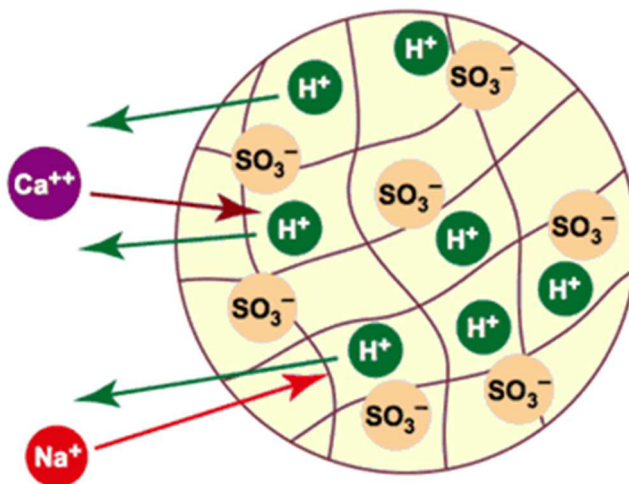
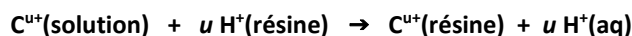
- Appeler le professeur pour exposer oralement votre protocole.
- Mettre en œuvre votre protocole.

Exploitation :

- ✓ Justifier les résultats obtenus.
- ✓ Déterminer la valeur de p.

2. Utilisation d'une résine échangeuse d'ions

Les résines échangeuses d'ions réalisent une permutation d'ions, c'est-à-dire qu'elles remplacent certains ions d'une solution par un autre. La résine utilisée ici est appelée « Amberlite IR-120 » remplace les cations de la solution par des ions H^+ . Cet échange peut être traduit par l'équation de réaction :



Plus d'informations : http://dardel.info/IX/IX_Intro_FR.html

Les ions H^+ sont initialement retenus dans la résine par des groupes anioniques fixes SO_3^- .

Avant de l'utiliser, il est nécessaire de « charger » la colonne, c'est-à-dire fixer sur ses sites anioniques fixes des ions H^+ .

A – Préparation de la colonne

- Fixer verticalement la colonne. Placer sous la colonne un becher de 100 mL propre et sec.
- Introduire un petit morceau de coton de verre au fond et le « tasser » à l'aide d'un agitateur en verre.
- Introduire de la résine dans la colonne sur une hauteur d'environ 10 cm environ (ce qui représente environ 50 mL).
- Introduire environ 25 mL d'acide chlorhydrique à 2 mol L^{-1} dans la colonne.
- Homogénéiser lentement le contenu de la colonne pour chasser les bulles d'air
- Rincer la résine de son excès d'acide chlorhydrique par de l'eau distillée. Quand le pH pris au niveau d'une goutte en sortie de colonne est celui de l'eau distillée, arrêter le rinçage.
- Eliminer l'excès d'eau jusqu'à limite d'effleurement en ouvrant le robinet.

B – Echange des ions d'une solution du sel de complexe

- Peser environ 0,1 g du sel. Noter la masse précise prélevée. Le dissoudre dans 30 mL d'eau.
- Verser très délicatement cette solution le long de la paroi de la colonne.
- Récupérer l'éluat dans un becher de 150 mL (débit goutte à goutte).
- Quand la colonne est presque sèche, rajouter lentement de l'eau distillée et faire éluer en goutte à goutte. Mesurer régulièrement le pH des gouttes en bas de colonne.
- Arrêter l'élution lorsque le pH a retrouvé sa valeur initiale.
- L'éluat est alors versé dans une fiole jaugée de 100 mL, les eaux de rinçage sont ajoutées et la fiole est complétée avec de l'eau distillée.

C – Analyse de la solution

Données :

- Potentiels standard d'oxydoréduction : Ag^+/Ag $E_4^\circ = 0,80 \text{ V}$
- Potentiels des électrodes de référence :
 - o ESM (Sulfate mercurieux) $E_{\text{ref}} = 0,62 \text{ V}$
 - o ECS (Calomel) $E_{\text{ref}} = 0,24 \text{ V}$
- Produits de solubilité : AgCl(s) $pK_s = 10$
- Conductivités molaires :

Ions	H_3O^+	Na^+	Ag^+	HO^-	Cl^-	NO_3^-
$\lambda^0(\text{S.mol}^{-1}.\text{m}^2)$	$359,8.10^{-4}$	$50,1.10^{-4}$	$61,9.10^{-4}$	$199,2.10^{-4}$	$76,3.10^{-4}$	$71,42.10^{-4}$

Question préliminaire :

Deux titrages du contenu de la fiole jaugée sont envisagés : l'un par une soude, l'autre par une solution de nitrate d'argent.
Quelles espèces contient cette solution ?

Procédure :

- 25,00 mL de cette solution sont titrés par de la soude à $2,50 \cdot 10^{-2}$ mol L⁻¹.



Elaborer un protocole

- Proposer une méthode de suivi de ce titrage.
- A quel rythme allez-vous introduire la solution titrante ?
- Préparer un support écrit sommaire pour présenter votre protocole au professeur.

- 25,00 mL de la solution sont titrés par une solution de nitrate d'argent(I) à $2,50 \cdot 10^{-2}$ mol L⁻¹.



Elaborer un protocole

- Proposer une méthode de suivi de ce titrage.
- A quel rythme allez-vous introduire la solution titrante ?
- Préparer un support écrit sommaire pour présenter votre protocole au professeur.

Exploitation :

- ✓ Justifier les résultats obtenus.
- ✓ Connaissant la masse molaire du sel (déterminée par l'autre groupe), déterminer la valeur de n.
- ✓ En déduire la valeur de q.

3. Attentes concernant le compte-rendu

Chaque groupe rédige l'exploitation des expériences qu'il a réalisées.

Les résultats de deux groupes sont mis en commun pour conclure à la formule du sel.

4. Sécurité

- Evacuation des produits : Attention concernant l'évacuation des solutions :



- Utilisation d'acide fort : L'acide chlorhydrique est concentré. Lavez intensément après tout contact avec la peau.
- La paille est lavée et remise en ordre à la fin de la séance.
- Se laver les mains avant de quitter la salle.