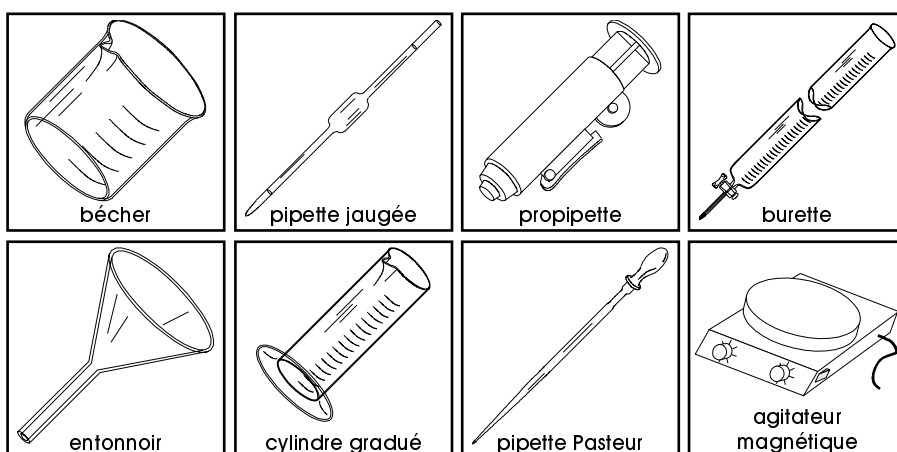


BUTS

Déterminer la concentration en ions argent dans une solution, par précipitation en présence d'un indicateur.

MATERIEL

2 béchers de 100 ml, 1 pipette jaugée de 10 ml, 1 propipette, 1 burette de 25 ml, 1 entonnoir, 1 cylindre gradué, pipettes Pasteur, 1 agitateur magnétique, 2 barreaux magnétiques.



REACTIFS

Thiocyanate de potassium (KSCN 0.1 M), solution de nitrate d'argent (AgNO_3 concentration à déterminer), acide nitrique (HNO_3 50 %), sulfate de fer ammoniacal ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 0.28 M).

KSCN	AgNO_3	HNO_3	$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$
étatsolution 0.1 M	étatsolution inconnue	étatsolution 50 %	étatsolution 0.28 M
MM97.18 g/mol	MM169.88 g/mol	MM63.01 g/mol	MM500.14 g/mol
CH F	CH 4 récup M	CH 2	CH 3

RECOMMANDATIONS

Manipuler avec précaution toutes les solutions, particulièrement la solution d'acide nitrique concentré: **Ne pas ingérer ou mettre en contact avec la peau ou les yeux.**

MANIPULATIONS
ET DISCUSSION

- ◆ La concentration de la solution de nitrate d'argent (AgNO_3) est inconnue. Dans l'eau, le nitrate d'argent est sous forme dissoute: AgNO_3 est donc présent sous la forme de ses ions Ag^+ et NO_3^- .
- ◆ Le dosage volumétrique des ions Ag^+ consiste à ajouter du thiocyanate de potassium (K^+ et SCN^- en solution) de concentration connue (dans cette expérience, $\text{KSCN} = 0.1 \text{ M}$) à un volume précis de solution de nitrate d'argent, de manière à faire précipiter les ions Ag^+ , en présence d'un indicateur (ici: les ions Fe^{3+} du sulfate de fer ammoniacal ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$)).

- ◆ Après que la quantité nécessaire de thiocyanate SCN^- ait été ajoutée pour faire précipiter les ions Ag^+ , l'indicateur réagit avec l'ajout supplémentaire de SCN^- et colore la solution.

La réaction entre les ions thiocyanate et l'indicateur est la suivante:



- ◆ Le composé FeSCN^{2+} rouge-brun apparaît en solution lorsque tous les ions Ag^+ ont été consommés par les ions SCN^- , c'est-à-dire lorsque la précipitation cesse. Comme il n'est pas possible de voir la fin de la précipitation, c'est l'apparition du FeSCN^{2+} coloré qui permettra d'indiquer la fin du dosage. Le thiocyanate de potassium doit être ajouté lentement lorsqu'on approche du point de fin de dosage (appelé **point de virage**), c'est-à-dire lorsque la solution commence à changer légèrement de couleur.

- ◆ Pour un résultat précis, il faut effectuer deux fois le dosage volumétrique. Si toutes les manipulations sont effectuées de manière correcte et précise, et que l'écart entre les deux dosages est inférieur à 5 %, alors le résultat est acceptable. Sinon, il faut faire un troisième dosage pour vérifier le résultat.



1. Placer un entonnoir en haut d'une burette graduée et, **en portant une paire de lunettes de sécurité**, remplir la burette avec la solution de thiocyanate de potassium 0.1 M.

S'assurer que l'extrémité sous la vanne ne contient pas d'air et ajuster le volume de solution en haut de la burette à 0 ml.

2. Préparer le montage de la figure ci-contre.

Prélever, à l'aide d'une pipette jaugée munie d'une propipette, **exactement 10 ml** de la solution de AgNO_3 et introduire ce volume dans un bécher propre.

Ajouter environ 40 ml d'eau déminéralisée.



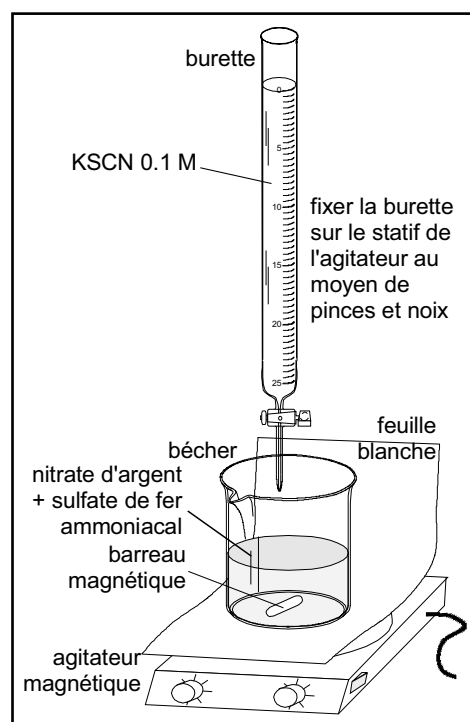
En portant des lunettes de sécurité, ajouter au moyen d'un cylindre gradué environ 5 ml d'acide nitrique (**attention: corrosif**). Finalement ajouter environ 2ml de solution de sulfate de fer ammoniacal à l'aide d'une pipette Pasteur. Placer une feuille de papier blanc sur l'agitateur magnétique, puis le bécher sur la feuille.

Ajouter un barreau d'agitation et

enclencher l'agitateur magnétique pour obtenir une agitation constante (la rotation du barreau doit provoquer un léger tourbillon).

- ◆ L'acide nitrique ajouté à la solution de nitrate d'argent n'intervient pas directement dans le dosage des ions argent. Sa présence est cependant nécessaire pour acidifier la solution, afin d'éviter que les ions Fe^{3+} de l'indicateur ne précipitent en milieu neutre selon la réaction $\text{Fe}^{3+} + 3\text{OH}^- \rightarrow \text{Fe}(\text{OH})_3(\text{s})$.

3. Noter le volume de départ de la burette (au premier dosage, ce volume devrait être 0 ml si la burette a été remplie et ajustée correctement).



Ajouter **lentement** la solution de KSCN dans le bécher, sous agitation, tout en observant la coloration de la solution.

Si un début de coloration rose saumon apparaît furtivement, ralentir au **goutte à goutte** la vitesse d'addition du KSCN.

Dès que la coloration rose saumon de la solution persiste, stopper l'ajout de KSCN et déterminer le volume ajouté pour arriver au point de virage.

- ◆ Le schéma ci-contre indique comment lire avec précision sur l'échelle graduée de la burette le volume de KSCN ajouté.

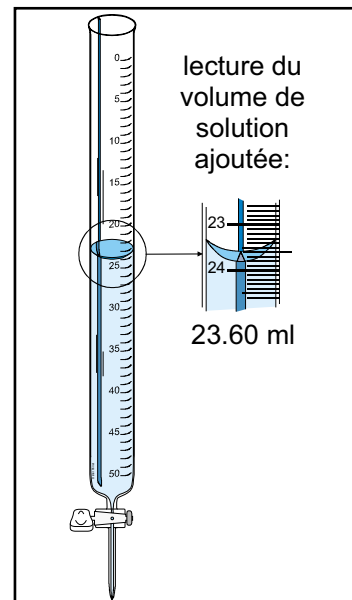
La solution dans la burette forme un ménisque concave.

Le volume doit être lu sur la pointe formée par la ligne bleue, et toujours de manière identique entre le début et la fin de la titration, afin de déterminer avec précision et exactitude le volume total de solution ajoutée.

4. Répéter toutes les opérations des points 2 et 3, avec une nouvelle fraction de 10 ml de solution de nitrate d'argent, prélevée avec précision et introduite dans un bécher propre (ne pas oublier d'ajouter environ 40 ml d'eau, 5 ml d'acide nitrique et une pipette Pasteur de sulfate de fer ammoniacal).

Pour autant que la différence entre les deux dosages soit faible, déterminer la moyenne des volumes ajoutés.

- ? 1. Ecrire l'équation équilibrée de la réaction entre le nitrate d'argent et le thiocyanate de potassium.
- ? 2. Calculer, pour la moyenne des deux dosages, et en tenant compte de l'équation équilibrée, la concentration (en moles/L) de la solution de nitrate d'argent.
- ? 3. Indiquer pour quelle raison de l'eau est ajoutée au bécher contenant le nitrate d'argent, et spécifier si ce volume d'eau influence quantitativement le dosage.



RECUPERATION ET NETTOYAGE

En prenant soin de récupérer les barreaux magnétiques, récupérer les solutions contenant de l'argent dans le récipient de déchets M (métaux lourds) ou, dans la mesure du possible, dans un récipient de récupération sélective de l'argent.

Récupérer les pipettes Pasteur utilisées dans la poubelle pour verre usagé.

Laver la verrerie utilisée à l'eau, puis la rincer à l'eau déminéralisée.

PREPARATION

Expérience pour un groupe de 2 étudiants.

1. Solution de thiocyanate de potassium 0.1 M:

Utiliser de préférence une solution standard d'hydroxyde de sodium 0.100 M. S'il n'est pas possible d'utiliser une solution de concentration exacte, procéder comme suit:

Peser exactement 9.78 g de KSCN, dissoudre dans de l'eau déminéralisée et compléter à 1000 ml avec de l'eau déminéralisée (suffisant pour environ 20 groupes).

2. Solution de nitrate d'argent de concentration inconnue:

Préparer de préférence une solution de concentration comprise entre 0.05 M et 0.2 M.

Pour 1000 ml de solution 0.1 M par exemple (suffisant pour environ 20 groupes), peser 17 g de AgNO_3 , dissoudre dans de l'eau déminéralisée et compléter à 1000 ml avec de l'eau déminéralisée.

Ne pas indiquer la concentration de cette solution sur le flacon mis à disposition des étudiants.

3. Acide nitrique 50 %:

Diluer environ 770 ml de HNO_3 concentré (65 %) à 1000 ml avec de l'eau déminéralisée.

4. Solution de sulfate de fer ammoniacal 0.28 M:

Pour environ 100 ml de solution (suffisant pour environ 25 groupes), peser environ 14 g de $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, dissoudre dans 100 ml d'eau déminéralisée et ajouter 3.11 g de H_2SO_4 concentré. Agiter pour homogénéiser, puis filtrer.

5. Matériel nécessaire pour un groupe de 2 étudiants:

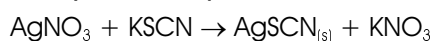
- 2 béchers de 100 ml
- 1 pipette jaugée de 10 ml
- 1 propipette
- 1 burette de 25 ml
- 1 entonnoir
- 1 cylindre gradué
- 2 pipettes Pasteur avec tétine
- 1 agitateur magnétique
- 2 barreaux magnétiques

6. Durée de l'expérience:

Environ 40 min de manipulations.

DISCUSSION

? 1. Ecrire l'équation équilibrée de la réaction entre le nitrate d'argent et le thiocyanate de potassium.



La réaction de précipitation de AgNO_3 par KSCN nécessite 1 mole de thiocyanate par mole d'ion argent.

? 2. Calculer, pour la moyenne des deux dosages, et en tenant compte de l'équation équilibrée, la concentration (en moles/L) de la solution de nitrate d'argent.

Pour une solution de AgNO_3 0.1 M, la moyenne des deux dosages doit être de 10ml de KSCN 0.1 M.

Ce volume représente 10^{-3} moles de KSCN ajoutées, donc 10^{-3} moles de AgNO_3 initialement présentes dans 10 ml de solution de nitrate d'argent.

Ainsi, 1 litre de solution de nitrate d'argent contient 0.1 mole de AgNO_3 .

? 3. Indiquer pour quelle raison de l'eau est ajoutée au bécher contenant le nitrate d'argent, et spécifier si ce volume d'eau influence quantitativement le dosage.

L'eau ajoutée n'influence pas le dosage, puisque le nombre de moles d'ions argent à doser est toujours présent dans le bécher. Cette eau n'est ajoutée que pour diluer le faible volume de solution prélevée.