

Dosage du lait

On a suivi le protocole de l'avis.

On utilise une rondelle de lait de masse:

$$m_{\text{rondelle}} = 1,6030 \text{ g.}$$

On met le liquide dans une fiole jaugée de 100 ml.

On mesure l'absorbance à 807 nm.

On trouve 65% de sucre dans la rondelle de lait, alors qu'on avait trouvé une valeur générique : 62%.

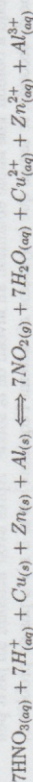
d'après:
Sauce d'étalonnage

→ concentration des solutions du CuSO_4 .

→

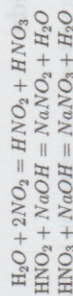
I Principe de la manipulation

Le but de cette manipulation est de titrer la masse de cuivre d'une pièce de monnaie. Pour se faire, on fait dissoudre la pièce dans une solution très concentrée d'acide nitrique, selon la réaction suivante :



(Cette équation est adaptée d'un article du [BUP889](#), d'où est tirée l'expérience originale avec le laitton.) Puis on détermine la concentration en ions Cuivre II à l'aide d'une mesure d'absorbance.

⚠ Le gros danger de cette expérience est le dégagement de $\text{NO}_2(\text{g})$ qui est un gaz toxique. Pour éviter le dégagement de ce gaz dans la salle, on le neutralise avec de la soude :



L'ajout de soude permet de déplacer le premier équilibre et donc dissoudre plus de $\text{NO}_2(\text{g})$.

II Préparation du montage

On réalise le montage suivant :

Le principe est de faire balayer la pression au niveau de la pompe pour tirer le gaz et le forcer à interagir avec la soude. On met une première fiole de garde qui est vide, pour éviter que la soude ne rentre dans le ballon si jamais il y avait une dépression au niveau de ce dernier.

⚠ Avant de mettre la pompe en route, il faut vérifier plusieurs choses :

- Travailler sous hotte
- Les connexions au niveau des fioles ne sont pas symétriques : il y a une ouverture avec un tube jusqu'au fond de la fiole, une autre "simple". ⚠ Faire attention à respecter le positionnement effectué sur la photo ci-dessous. Celui de la fiole de garde doit accepter le gaz mais éviter que la soude ne remonte dans le ballon. Donc on place l'ouverture simple du côté du ballon. Pour les fioles de garde, il faut que le gaz qui arrive barbote dans la soude, donc on met les ouvertures avec tuyau du côté orienté vers le ballon.
- On utilise de la soude à 10 mol l^{-1} dans les fioles, les gants sont donc impératifs.
- Vérifier que les tuyaux sont adaptés : il ne doit pas y avoir de fuite. (ce sera vérifié par la suite.
- Il faut remplir les fioles de lavage à environ 1/3 : si jamais toute la soude remontait dans la fiole de garde, il ne faudrait pas qu'elle déborde et que la soude se retrouve dans le ballon. Avec 2 fois 1/3 de volume, on a un peu de marge.

doit être grosse : 250 ml

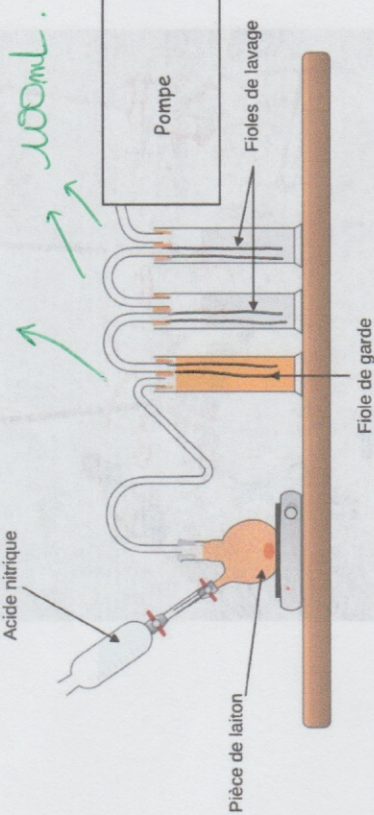


Figure 1 – Schéma du montage à réaliser. On place la plaque chauffante sur un boy, et on attache le ballon avec une pièce deux doigts à une potence.

Pour ce qui est de la pompe, il faut prendre garde à la chose suivante : si on tire trop fort (si la pression au niveau de la pompe est trop faible), le gaz ne passera pas suffisamment de temps au contact de la soude et passera à travers la pompe pour être rejeté dans l'air. Ce serait pour le moins dérangeant. Donc, ⚠ toujours avant de brancher la pompe au système, il faut la régler pour qu'elle fasse la plus petite dépression possible. Pour cela, on dévisse la petite vis située sous l'entrée, ce qui permet d'ajuster le niveau de dépression voulu au minimum. (On peut vérifier que c'est le minimum en collant son doigt et en jouant avec la vis).

+ remplir acide nitrique à environ 250 ml avant d'allumer la pompe + boucher
↳ penser à déboucher juste avant d'allumer.

+ après la pièce et la mettre dans le ballon.

A déboucher la soupape de cuivre.



Figure 2 – Préparation du montage : positionnement des connexions entre fioles



Figure 3 – Vis permettant de jouer sur le niveau de dépression appliqué

III Mise en route de la pompe

Une fois cette étape réalisée, on peut brancher la pompe au système. On augmente alors petit à petit la dépression jusqu'à obtenir une faible ébullition au niveau de la soude. Après avoir attendu un petit peu (une trentaine de seconde, le temps que le système ait atteint l'équilibre) et si il n'y a pas de problème, on peut passer à la suite. Si la soude remonte dans la fiole de garde, il y a un fuit trop importante au niveau des tuyaux proches de la pompe : après avoir diminué la pression au sein du ballon, on sera à pression atmosphérique au niveau de la fuite, donc dans ce cas :

→ Changer de tuyau et verser le contenu de la fiole à garde dans les fioles de lavage

IV Début de l'ajout d'acide

Ensuite, on peut commencer à injecter (un petit peu, pour vérifier que le système fonctionne correctement) de l'acide nitrique. Il y a alors dégagement de NO_2 dans le ballon, qu'on reconnaît à sa couleur rousse et la solution devient bleue, caractéristique des ions cuivre II. Si le système fonctionne, après quelques minutes, la fiole de garde commencera à roussir également et l'ébullition au niveau des fioles de garde est maintenue. Cela est signe que le gaz est bien tiré. Si tel est le cas, on continue à ajouter de l'acide, petit à petit.



Figure 4 – Allure du ballon au cours de la réaction

V Fin de la réaction

On sait que la réaction est terminée lorsqu'on ajoute de l'acide et qu'il n'y a plus d'émulsion : plus d'alliage, plus de réaction. Plus de gaz, plus d'émulsion. Plus d'émulsion... plus d'émulsion. A partir de ce moment, il s'agit de faire en sorte que le gaz restant transite dans les fioles de lavage. Puisqu'il n'y a plus de création de matière au niveau du ballon, on peut se permettre d'augmenter un petit peu la dépression (i.e. la pompe tire davantage de gaz), on vérifie que ce n'est pas trop fort en gardant une ébullition modérée au niveau de la soude. Petit à petit, le ballon perd de sa rousseur, de même pour la fiole de garde. (Cela peut durer une quinzaine de minutes). Une fois que la fiole de garde est suffisamment claire, on peut couper la pompe. La soude remonte alors dans la fiole de garde.

Pendant le temps de la réaction, il faut réaliser une gamme étalon en absorbance de solutions de cuivre ayant des concentrations de 0.01 à 0.05 mol L^{-1} , que l'on dilue dans de l'eau distillée. On se place à $\lambda = 800 \text{ nm}$, maximum d'absorption de la solution de cuivre II.

VI Exploitation de la solution obtenue

La solution obtenue est bleue foncée. ~~Il faut relever son volume, en versant son contenu dans une éprouvette graduée.~~ Puis, on réalise une dilution de celle-ci (concentration trop forte) d'un facteur 100 avec de l'eau (pour une pièce de 10 centimes) à l'aide d'une fiole jaugée. On utilise de l'eau pour éviter de gâcher la solution de HNO_3 qui est le solvant des ions cuivres dans l'expérience (ça marche quand même). Il suffit alors de verser la solution dans une cuve que l'on place dans le spectrophotomètre. On relève l'absorbance, on remonte alors à la concentration $C_{\text{Cu}^{2+}}$ dans la solution.

VII Résultat

Nous avons utilisé une pièce de 10 centimes, dont le pourcentage massique en cuivre est annoncé à 89% (valeur trouvée sur [wikipedia](https://fr.wikipedia.org/wiki/10_centimes)).

On a relevé un volume de 25 ml à l'éprouvette graduée et une absorbance de 0.427 , la masse de la pièce a été mesurée à 4.11 g . On a alors obtenu la courbe suivante :

On en déduit $c = [C_{\text{Cu}^{2+}}] = 0.02 \text{ mol l}^{-1}$, donc $m_{\text{Cu}} = 100 V_{\text{répérée}} M_{\text{Cu}} c = 3.5 \text{ g}$ soit

$$w_{\text{Cu}} = 0.85$$

La principale incertitude provient de la lecture du volume récupéré : il en reste forcément un petit peu dans le ballon et l'éprouvette graduée ne permet pas de mesurer précisément le volume. On estime alors $\Delta V = 1 \text{ ml}$ soit $\Delta w_{\text{Cu}} = 0.04$. D'où :

$$w_{\text{Cu}} = 0.85 \pm 0.04$$

En accord avec la valeur annoncée.

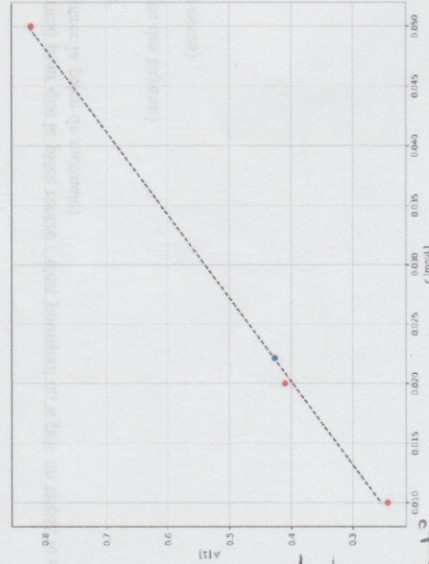


Figure 5 – On n'a pris que trois points pour l'étalonnage par manque de temps

Au passage, il est légal de détruire une pièce de monnaie : c'est ce qui est fait parfois pour mettre des pièces de valeur sur des bagues, ou pour transformer une pièce de 5 centimes en un objet d'art... cf ici

Δ Suite à une remarque astucieuse de Romain R : pour la dernière étape, on peut être plus précis. En effet, il suffit de verser le contenu du ballon dans une fiole jaugée de 100 mL , compléter au trait de jauge avec de l'eau pour avoir un volume connu de solution de cuivre. Il faudra ensuite diluer environ 20 fois pour avoir une concentration raisonnable pour l'absorbance. On s'affranchit alors de la mesure du volume exact de ce qu'il y a dans le ballon.

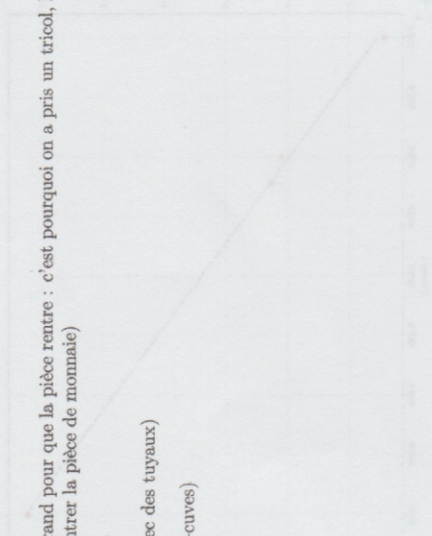
A Matériel et produits nécessaires

- NaOH à 10 mol/L
- HNO_3 très concentré (à 53/60)
- $\text{CuSO}_4 \text{ (Cu}^{2+})$ à 0.1 mol/L

2020/2021

2020/2021

- Pièce de laiton / pièce de 10 cts
Ampoule de coulée
Ballon Bi-col (assez grand pour que la pièce rentre : c'est pourquoi on a pris un triol, le seul qui permettait de faire rentrer la pièce de monnaie)
Chauffe Ballon + Boy
3 flacons de garde (avec des tuyaux)
Spectrophotomètre (+cuves)
Pompe



88