

A compléter :

<https://colab.research.google.com/drive/1DSPiF0VmABPqKzq8daEZ6RGZbJ1kieC?usp=sharing>

Corrigé :

https://colab.research.google.com/drive/16pvq6_LPV8YpQNqFNQuKy4xUJoLNy6yr?usp=sharing

Objectifs du TP :

L'objectif de ce TP est de doser par titrage les ions alcalino-terreux Ca^{2+} et Mg^{2+} dans l'eau minérale Prince Noir® par deux méthodes, l'une complexométrique et l'autre utilisant une résine échangeuse d'ions.

Dureté totale : concentration totale en ions calcium et magnésium. Elle s'exprime en degré hydrotimétrique ($^{\circ}\text{TH}$), 1 $^{\circ}\text{TH}$ correspond à une concentration de $1 \times 10^{-4} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ en ions calcium et magnésium :

$$^{\circ}\text{TH} = 10^4 \times ([\text{Ca}^{2+}] + [\text{Mg}^{2+}])$$

Matériel et produits à disposition

- Verrerie classique de laboratoire
- Eau minérale Prince Noir®
- Solution titrante d'EDTA à $1,0 \times 10^{-2} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ (à manipuler avec gants)
- Solution titrante de soude à $4,0 \times 10^{-2} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$
- Noir Eriochrome T® (N.E.T)
- BBT
- Tampon ammoniacal $\text{NH}_4^+/\text{NH}_3$ de pH = 9,5
- Une colonne contenant une résine échangeuse de cations
- Papier pH

Données

Masses molaires atomiques en $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$: H : 1 N : 14 Mg : 24 Cl : 35,5 Ca : 40

Constantes d'acidité à 298K :

$\text{NH}_4^+(\text{aq})/\text{NH}_3(\text{aq})$: $\text{pK}_a = 9,2$

L'EDTA est un tétraacide $\text{H}_4\text{Y}(\text{aq})$: $\text{pK}_{A1} = 2,0$; $\text{pK}_{A2} = 2,7$; $\text{pK}_{A3} = 6,0$; $\text{pK}_{A4} = 10,3$

Le noir d'Eriochrome T® (noté NaH_3I) ou N.E.T. est un triacide : $\text{pK}'_{A1} = 3,9$; $\text{pK}'_{A2} = 6,4$; $\text{pK}'_{A3} = 11,5$



Constantes de complexation à 298K :

$\text{Ca}^{2+} + \text{Y}^{4-} = \text{CaY}^{2-}$ $\log b = 10,7$

$\text{Mg}^{2+} + \text{Y}^{4-} = \text{MgY}^{2-}$ $\log b' = 8,7$

Pour indiquer la fin de la réaction, on utilise du Noir d'Eriochrome (N.E.T). Ce ligand forme avec les ions $\text{Ca}^{2+}(\text{aq})$ et $\text{Mg}^{2+}(\text{aq})$ des complexes roses.

Indicateurs colorés acido-basiques :

Indicateur coloré	Intervalle de virage (pH)	Couleur de la forme acide	Couleur de la forme basique
Bleu de bromothymol	6,0 - 7,6	jaune	bleu

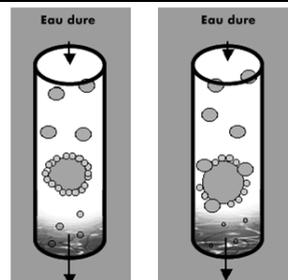
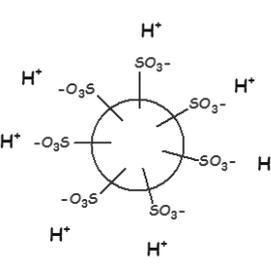
Protocole 1

- A l'aide de la verrerie adaptée, préparer un mélange contenant 10,0 mL d'eau minérale Prince Noir®, 5 mL de solution tampon et 2 gouttes d'indicateur coloré.
- Effectuer le titrage rapide avec une solution d'EDTA à $0,01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$.
- Le virage de l'indicateur coloré n'est pas franc. Garder le premier échantillon dosé lorsque la couleur bleue est atteinte. Refaire un dosage précis en relevant le volume d'EDTA dès la première goutte donnant cette teinte bleue.

Protocole 2

▪ Les ions Ca^{2+} et Mg^{2+} contenus dans l'eau sont éliminés pour être remplacés par une quantité équivalente d'autres ions de même charge. Il s'agit d'un procédé d'échange d'ions entre l'eau et la résine échangeuse d'ions.

▪ La résine utilisée (Amberlite IRN77) est une résine sulfonique c'est-à-dire qu'elle présente en surface des groupes sulfonate ($-\text{SO}_3^-$) qui sont liés par des interactions ioniques avec des ions H^+ . D'autres cations peuvent également être fixés (non précisé par le fabricant).



En s'écoulant, les ions Ca^{2+} et Mg^{2+} de l'eau dure s'échangent à la surface de la résine avec les ions H^+ . Ils sont donc retenus et ce sont les ions H^+ qui se retrouvent dans le filtrat.

Eau adoucie (contenant moins d'ions Ca^{2+} et Mg^{2+} et enrichie en H^+)



La colonne échangeuse d'ions ne doit jamais être asséchée : il faut veiller à toujours laisser du liquide surnageant.

- Introduire **délicatement environ 20 mL** d'eau distillée dans la colonne en faisant couler le liquide sur la paroi.
- Laisser s'écouler goutte à goutte jusqu'à ce que l'eau distillée affleure la résine.
- Avec un papier pH mesurer le pH d'une goutte en sortie de colonne : s'il est égal à 6, la colonne est prête à l'emploi, sinon, recommencer.
- Introduire **délicatement précisément 10,0 mL** d'eau minérale Prince Noir® dans la colonne en faisant couler le liquide sur la paroi.
- Placer un bécher propre et sec sous la colonne, **dans lequel on recueillera la totalité des eaux d'élution.**
- Recommencer l'opération avec 20 mL d'eau distillée.
- Contrôle le pH en sortie de colonne : tant qu'il est inférieur à 6, la colonne échange des ions H^+ contre des ions Ca^{2+} ou Mg^{2+} .
- Recommencer l'élution par fraction de 20 mL jusqu'à récupération complète de la solution d'eau minérale Prince Noir®, c'est à dire jusqu'à ce que le pH en sortie de colonne soit de 6.
- Doser la totalité des eaux d'élution par une solution de soude ($\text{Na}^+ + \text{OH}^-$) à $4,0 \times 10^{-2} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ par colorimétrie avec du bleu de bromothymol.

Exploitation

1. Déterminer la concentration quantité de matière totale en ions Ca^{2+} et Mg^{2+} noté $C = [\text{Ca}^{2+}] + [\text{Mg}^{2+}]$. En déduire la dureté de l'eau dosée.
2. Comparer le résultat obtenu avec les indications de l'étiquette.
3. Proposer une équation de réaction pour modéliser le titrage du protocole 2. Justifier le choix de l'indicateur coloré.
4. Pour un ion Ca^{2+} ou Mg^{2+} retenu par la colonne, deux ions H^+ sont libérés pour des raisons d'électroneutralité. Exploiter le titrage 2 pour montrer que 100% des ions alcalino-terreux ont été échangés par de ions H^+ .