

L'objectif est de séparer des ions par précipitation sélective.

Matériel à disposition

Solution de nitrate de fer (III) à $0,2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
Solution de sulfate de cuivre (II) à $0,2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
Solution d'hydroxyde de sodium à $0,5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
Solutions en flacon :
– hydroxyde de sodium NaOH
– acide chlorhydrique HCl
– thiocyanate de potassium KSCN

pH-mètre
Burette
Epruvettes de 10 mL (2)
Béchers
Tubes à essais sur support (6)
Entonnoir
Papiers filtre
Spatule

Les minerais de cuivre sont principalement constitués de sulfures ou d'oxydes, contenant moins de 2% de cuivre et d'autres éléments métalliques (fer, nickel, ...) considérés comme des impuretés.

Les éléments métalliques peuvent être extraits du minerai par hydrométallurgie où le minerai est attaqué par une solution aqueuse acide. La séparation des ions métalliques obtenus se fait par différentes méthodes. Dans ce TP, on étudie la séparation par précipitation sélective des hydroxydes métalliques.

Donnée des produits de solubilité : $pK_s(\text{Fe}(\text{OH})_3) = 38,6$ et $pK_s(\text{Cu}(\text{OH})_2) = 19,3$.

Partie A. Précipitation des hydroxydes métalliques

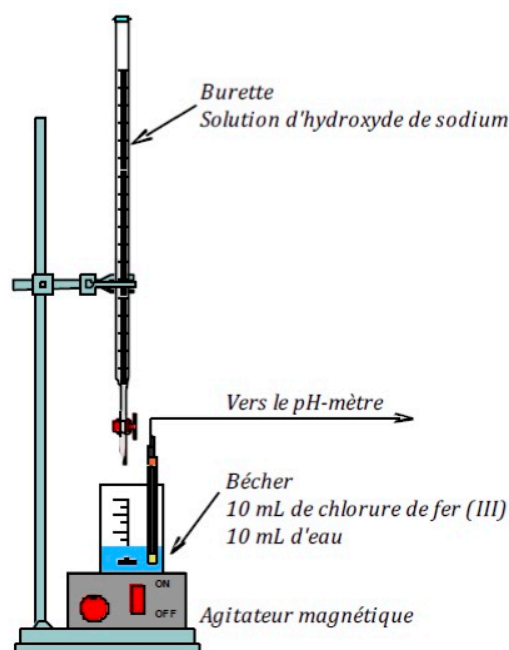
A.1) Expériences préliminaires

- Introduire dans un tube à essai un peu de solution de nitrate de fer (III) ($\text{Fe}^{3+}(\text{aq}) + 3 \text{NO}_3^-(\text{aq})$). Ajouter quelques gouttes de solution d'hydroxyde de sodium ($\text{Na}^+(\text{aq}) + \text{HO}^-(\text{aq})$).
- Noter vos observations. Écrire l'équation de la réaction qui se produit. Combien vaut sa constante d'équilibre ?
- Verser dans le tube de l'acide chlorhydrique jusqu'à dissolution du précipité obtenu précédemment. Interpréter cette transformation.
- Recommencer avec une solution de sulfate de cuivre (II) ($\text{Cu}^{2+}(\text{aq}) + \text{SO}_4^{2-}(\text{aq})$).

A.2) Influence du pH sur la précipitation

La précipitation des hydroxydes métalliques dépend fortement du pH. On se propose de le vérifier pour des solutions de même concentration en ions métalliques.

- Réaliser le montage ci-contre :
 - introduire dans un bécher 10 mL de solution de nitrate de fer (III) de concentration $0,2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ et ajouter 10 mL d'eau distillée ; refaire ce mélange dans un second bécher en guise de témoin ;
 - remplir la burette de solution d'hydroxyde de sodium (soude) ;
 - étalonner le pH-mètre et plonger la sonde dans le mélange ;
 - mettre en place l'agitation magnétique.
- Verser la solution de soude goutte à goutte jusqu'à l'apparition d'un précipité. Celui-ci se caractérise par un léger assombrissement relativement au bécher témoin. Noter le pH du début de précipitation.
- Verser ensuite la solution de soude mL par mL en relevant le pH. On observe une augmentation brutale du pH, arrêter de verser à la fin de ce « saut ». Noter le pH du début du saut.
- Filtrer le mélange hétérogène obtenu dans un tube à essai. Caractériser le filtrat.
- Reproduire la même expérience avec une solution de sulfate de cuivre (II) de concentration $0,2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.



A.3) Interprétation

- Quelle est la concentration initiale des ions métalliques au début de l'expérience ?
- Calculer la valeur théorique du pH d'apparition des précipités métalliques. Comparer avec les valeurs expérimentales.
- Calculer la concentration de chaque ion métallique au début du saut de pH en utilisant la condition d'équilibre avec le précipité.
- Expliquer l'origine du saut brutal du pH.
- En conclusion, donner les intervalles de pH correspondant à la précipitation de chacun des deux ions, sur un même diagramme.

Partie B. Séparation des ions métalliques

On souhaite séparer les ions Fe^{3+} et Cu^{2+} d'une solution obtenue en mélangeant 10 mL de chacune des deux solutions précédentes. À la fin on doit avoir deux solutions séparées contenant chacune l'un des ions.

- Proposer un protocole expérimental permettant de réaliser cette séparation en utilisant une mesure de pH.
- Réaliser l'expérience après accord du professeur.
- Vérifier le succès de l'expérience. On utilisera une solution contenant des ions thiocyanate SCN^- qui forment un complexe rouge sang très visible même en présence d'une quantité infime d'ions Fe^{3+} .