

BASIC-LYNGAAR

Miloš

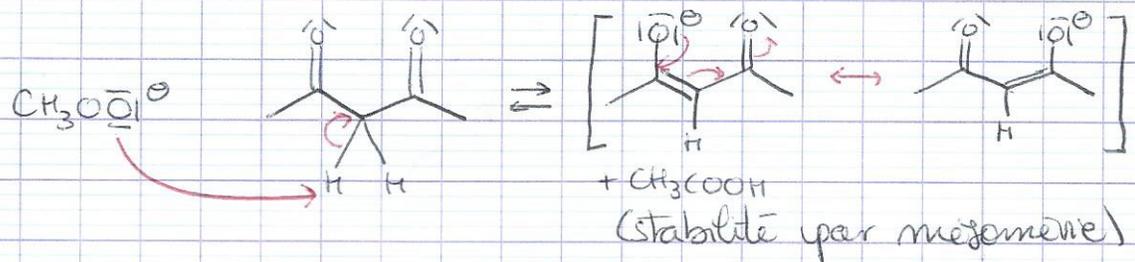
BERBOUNTOUX

Lina

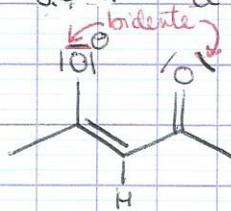
PC\*2

TP<sup>2</sup>: Compte-rendu

a) Les deux hydrogènes sont à caractère acide car la base associée est stable



Les doublets non liants sur les atomes d'oxygène sont à l'origine de la bidentate :



2) Le complexe formé a pour formule, sachant qu'il est neutre :  
[Ca(C<sub>11</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>]

$$\begin{aligned} M_c &= M_{Ca} + 10M_C + 14M_H + 4M_O \\ &= 63,5 + 10 \times 12,0 + 14 \times 1,0 + 4 \times 16,0 \\ &= \underline{261,5 \text{ g.mol}^{-1}} \end{aligned}$$

\* IR

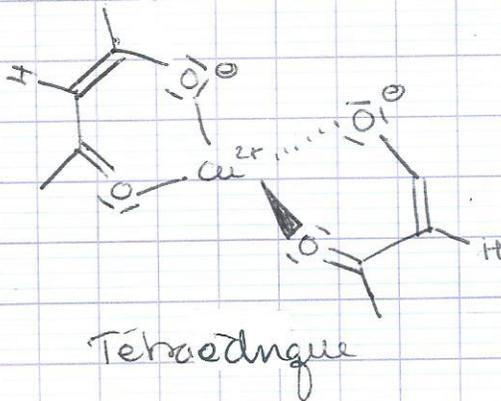
3) Pour vérifier l'absence de ligands aqua par spectroscopie IR, vérifier l'absence d'une bande large et intense autour de  $3000-3500\text{ cm}^{-1}$ , caractéristique d'une liaison O-H

de l'élongation

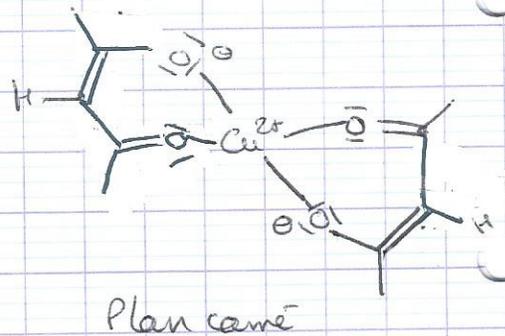
(On pourra également vérifier la présence de liaisons C=O par une bande intense vers  $1600\text{ cm}^{-1}$ )

1700  $\text{cm}^{-1}$  plutôt

4) Les deux géométries possibles



ou



5) Connaissant la structure du solide cristallin, on connaît le nombre de sites interstitiels dans lesquels peuvent s'insérer les molécules  $\text{H}_2\text{O}$ . On peut donc déterminer la stoechiométrie de l'eau dans le complexe.

On peut dire également que l'on a des complexes du sodium ou du cuivre. Je ne sais pas réellement quelle est l'argument le plus pertinent.

6) On écrit le tableau d'avancement pour la réaction de complexation :

$$2\text{CH}_3\text{COO}^- + \text{Cu}^{2+} + 2\text{AcacH} = \text{Cu}(\text{Acac})_2 + 2\text{CH}_3\text{COOH}$$

$n_0 = 9,6 \text{ mmol}$	$n_0' = 4,40 \text{ mmol}$	$n_0'' = 9,74 \text{ mmol}$	0	0
$n_0 - 2x$	$n_0' - x$	$n_0'' - 2x$	$x$	$2x$
$n_0 - 2x_{\text{max}}$	$n_0' - x_{\text{max}} = 0$	$n_0'' - 2x_{\text{max}}$	$x_{\text{max}}$	$2x_{\text{max}}$

en effet :

•  $n_0' = \frac{m_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}}{M_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}} = 4,40 \text{ mmol}$  ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \text{Cu}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + 5\text{H}_2\text{O}$ )

•  $n_0 = 9,56 \text{ mmol}$  ( $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{Na} \cdot 2\text{H}_2\text{O} = \text{CH}_3\text{COO}^- + \text{Na}^+ + 2\text{H}_2\text{O}$ )

•  $n_0'' = \frac{m}{M} = \frac{\rho V}{M} = \frac{\rho_{\text{eau}} dV}{M} = 9,74 \text{ mmol}$

$\Rightarrow$  stoechiométrie non respectée car  $n_0 \neq n_0'' \neq 2n_0'$  et :

$x_{\text{max}} = \min\left(\frac{n_0}{2}, n_0', \frac{n_0''}{2}\right) = n_0' = 4,40 \text{ mmol}$

Donc

$m_{\text{max}} = x_{\text{max}} M_{\text{Cu}} = 4,40 \times 10^{-3} \times 261,5 = 1,15 \text{ g}$

7) •  $\text{CH}_3\text{COO}^-$  est utilisé comme base pour

deprotonez  $\text{AcacH}$  \*

•  $\text{Cu}^{2+}$  est l'ion métallique qui va complexer  $\text{Acac}^-$ .

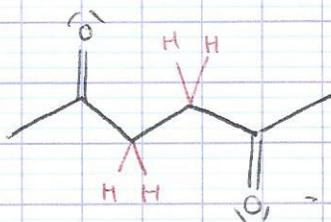
\* On

ne prend pas  $\text{OH}^- \rightarrow$

risque de

former  $\text{Cu}(\text{OH})_2$

On ne prend pas l'hexane-2,5-dione :



Les atomes H sont moins acides que dans le pentane-1,4-dione. En effet, ils sont en  $\alpha$  à une seule liaison  $\text{C}=\text{O}$ .

8) Les lavages à l'eau permettent d'éliminer les ions présents en solution:

$\text{Na}^+$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{CH}_3\text{COO}^-$ ; éventuellement  $\text{Cu}^{2+}$  qui n'aurait pas réagi.

Le lavage à l'éthanol permet d'éliminer le  $\text{CH}_3\text{COOH}$  et  $\text{H}_2\text{O}$

Le lavage à l'acétone est nécessaire pour éliminer les traces d'eau restantes. Il est plus facile de sécher un solvant volatil.

9) La recristallisation est une technique de purification d'un solide:

On choisit un solvant dans lequel le solide est soluble à chaud, mais pas à froid

Le solvant est également choisi tel que les impuretés possiblement présentes y sont solubles à chaud et à froid

On veut une solution sur saturée  $\Rightarrow$  on introduit un minimum de solvant

On préfère utiliser le butan-1-ol plutôt que l'éthanol car ce dernier est plus volatil.

10) On calcule le rendement avec  $m_3 = 0,66 \text{ g}$

$$\text{ur} = \frac{m_p}{m_{\text{max}}} = \frac{0,66}{1,15} = 0,57$$

Le rendement est de 57%

11. Lors de l'ajout d'acide, on détruit le complexe selon la réaction:



qui a lieu car on est en excès d'acide.

12. Il faut manipuler à froid car l'éthoxyéthane est une espèce très volatile.

Les dégazages pourraient donner lieu à des dégagement gazeux intenses.

13. au ajoute du sel pour effectuer un relargage: les molécules d'eau restantes dans la phase organique (ici l'éthoxyéthane) vont migrer vers la phase aqueuse pour aller solubiliser le sel.

on effectue 3 extractions car augmenter le nb d'extractions améliore le rendement de l'extraction.

14. l'espèce B est <sup>susceptible de former des liaisons H avec l'eau.</sup> elle est donc plus

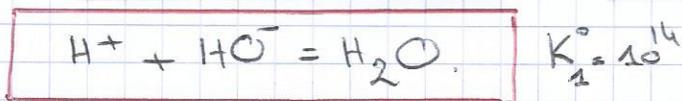
soluble dans l'eau que l'espèce B', il sera donc plus difficile de faire migrer toute l'espèce B en phase organique.

15. d'étape 3 le mode opératoire permet de récupérer les dernières molécules de composé B' qui seraient restées en phase aqueuse.

16. Lors d'un titrage biphasique, il faut agiter très fortement la solution, car la réaction a lieu en phase organique, mais le pH doit être lu en phase aqueuse.

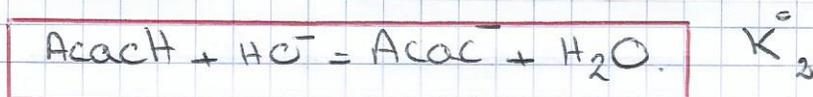
Pour ~~pas~~ que le barreau d'aliment ne coque pas dans les électrodes, il faut relever puis rebousser les électrodes du pH-mètre entre chaque agitation, il faut donc utiliser un exlenmeyer à col large pour gaulter cette manipulation.

17. la 1<sup>ère</sup> réaction qui se produit est la réaction avec l'acide sulfurique en excès:



Comme on connaît pu'aiseinent l'excès de  $H^+$  introduit et la qte' de  $Acac^-$  qui va réagir avec  $H^+$  on devrait être en mesure de calculer la qte' restante de  $H^+$  en solution, et donc remanter au 1<sup>er</sup> volume équivalent

18. Lors de l'ajout de soude, il y a ensuite:



Acach est plutôt en phase organique et  $HCO^-$  est plutôt en phase aqueuse. donc s'il veut que les réactifs puissent interagir, il faut ajouter agiter vigoureusement pour que les deux phases se mélagent.

le pKa de  $Acach / Acac^-$  est le pH à la 2<sup>e</sup> / 12 équivalence.

graphiquement, on lit  $pKa(Acach / Acac^-) = 9.6$ .

(Les calculs sont faits avec la cellule d'Erwan n  
et Lucas M)  
19. on note  $V_{E1}$  et  $V_{E2}$  le 1<sup>er</sup> et le 2<sup>e</sup> volume équivalent.

graphiquement, on lit:

$$V_{E1} = 9,7 \text{ mL} \quad V_{E2} = 16,8 \text{ mL}$$

à l'équivalence,  $n_{\text{AcacH}} = C_b(V_{E2} - V_{E1})$

$$n_{\text{AcacH}} = 1,42 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

pour  $n$  moles de complexes on s'attend à  
2 $n$  moles de AcacH.

Calculons  $n$ .

$$m = 0,2547 \text{ g}$$

$$n = \frac{m}{M} \quad \text{où } M \text{ est la masse molaire du complexe.}$$

$$M(\text{C}) = M(\text{Cu}) + 2 \times (M(\text{Cl}) + 7M(\text{H}) + 2M(\text{O}))$$

$$M(\text{C}) = 261,5 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

$$\Rightarrow n = 9,7 \times 10^{-4}$$

$$\text{et } 2n = 1,94 \times 10^{-3} \text{ mol} > n_{\text{AcacH}}$$

on trouve une qte' de matière du ligand  
du bon ordre de grandeur mais on en trouve  
moins que ce qu'il en s'attendait.

2. Lors de la 3<sup>e</sup> partie, on doit d'abord refroidir  
la solution à 0°C puis ajouter l'éthoxythane.

Si on n'ajoute l'éthoxythane abs que la  
solution n'est pas suffisamment froide,  
une partie de l'éthoxythane peut s'évaporer

(composé très volatil), De plus Acact est plus soluble en phase organique qu'en phase aqueuse donc une partie de Acact se volatilise en phase organique peut se reposer avec l'éther éthane, ce qui cause un défaut de B lors du titrage.

Sur la courbe qui suit, les équivalences sont repérées avec la méthode des tangentes.

Erwann et Lucas n'ont pas eu le temps de tracer la dérivée première qui aurait été une méthode plus précise et moins archaïque.

course titrage 01/10/2024

