

TD - Préparation du TP : Préparation d'une solution diluée d'acide oxalique

Pré-requis :

- ▶ Quantité de matière (définition, utilisation, unité)
- ▶ Concentration molaire en soluté apporté (C) et concentration molaire des espèces effectivement en solution ($[X]$)
- ▶ Expression de la quantité de matière en fonction :
 - de la masse et de la masse molaire ;
 - de la concentration et du volume.
- ▶ Propriétés des acides et des bases :
 - écriture de réaction et de constante d'acidité ;
 - calculs de pH.

Objectifs de la séance :

- Mettre en place un protocole permettant de préparer une solution mère par dissolution d'un composé solide.
- Calculer la masse exacte à peser pour réaliser cette dissolution.
- Mettre en place un protocole permettant de préparer une solution diluée (solution fille) à partir d'une solution concentrée (solution mère).
- Calculer le volume exact de solution mère à prélever pour réaliser cette dilution.
- Utiliser les propriétés acido-basiques pour établir un protocole.

Matériel à disposition en salle de TP

► Matériel par poste :

○ Dissolution et dilution de l'acide

- 2 béchers (25 et/ou 50 mL),
- 1 barreau aimanté
- 1 éprouvette de 25 mL
- 2 fioles jaugées de 100 mL + bouchons
- 1 pipette jaugée de 5 mL (à double jauge si possible)
- 1 entonnoir à liquide
- 1 agitateur magnétique
- pipetons en plastiques
- 1 pissette d'eau

○ Vérification de la concentration

- 1 Burette graduée (25 mL) + bécher poubelle (100 mL minimum)
- 2 béchers de 50 mL supplémentaires
- 1 pipette jaugée (à double jauge si possible) de 10 mL

► Matériel commun

- Balance (2 décimales) et spatules,
- baguette pour récupérer les barreaux aimantés

1- Introduction

L'acide oxalique de structure $C_2H_2O_4$, l'acide éthanedioïque d'après la nomenclature officielle, est le plus simple des acides dicarboxyliques aliphatiques. Le produit commercial est un acide dihydraté. Grâce à la liaison entre les deux groupes carboxyle, il est l'un des acides organiques les plus utilisés ($pK_{A_1} = 1,27$ et $pK_{A_2} = 4,27$) car il se décompose facilement en gaz (CO_2 , CO).

- Ecrire les réactions chimiques ainsi que les expressions de constantes d'acidité (K_{A_1} et K_{A_2}) associées aux réactions de l'acide oxalique avec l'eau.
- Ecrire l'équation globale permettant de passer de l'acide oxalique à l'ion oxalate ($C_2O_4^{2-}$). Que vaut la constante d'équilibre de cette réaction ? Que pouvez-vous en déduire ?

2- Etude préliminaire

On dispose donc d'acide oxalique dihydraté en poudre de formule chimique brute $C_2H_2O_4,2H_2O$ et vous avez besoin d'une solution d'acide oxalique de concentration $5,00 \cdot 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$. Deux méthodes peuvent être mise en œuvre pour obtenir cette solution, cette étude préliminaire va permettre de les décrire et de choisir la plus pertinente.

Méthode 1 : dissolution directe d'un solide

- Quelle est la quantité de matière $n(C_2H_2O_4,2H_2O)$, en mol nécessaire à la préparation de 100 mL de solution fille d'acide oxalique de concentration $5,00 \cdot 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$?
Quelle est la masse $m(C_2H_2O_4,2H_2O)$ en grammes correspondante ?
- Que pensez-vous de cette masse ?

Méthode 2 : dilution à partir d'une solution plus concentrée

Ici, il faut préparer dans un premier temps la solution mère : une solution d'acide oxalique de concentration $1,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$.

- Quelle est la quantité de matière $n(\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4, 2\text{H}_2\text{O})$, en mol, correspondant à la masse $m(\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4, 2\text{H}_2\text{O})$ en gramme d'acide oxalique dihydraté à peser, nécessaire à la préparation de 100 mL de solution mère d'acide oxalique de concentration $1,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$?
- Que pensez-vous de cette masse ?

Dans un second temps, il faut préparer la solution d'acide oxalique de concentration plus faible appelée solution fille. Pour préparer la solution fille, de concentration en acide oxalique $5,00 \cdot 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$ vous allez procéder par dilution de la solution mère.

- Quel volume de solution mère doit être prélevé pour préparer les 100 mL de solution fille ?
- Quelle méthode vous semble la plus pertinente pour préparer, avec le matériel à votre disposition en salle de TP, la solution d'acide oxalique de concentration $5,00 \cdot 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$? Pourquoi ?

3- Préparation de la solution fille par dilution de la solution mère

A l'aide du matériel ci-dessous, imaginer un protocole (étapes à suivre) afin de préparer les 100 mL de solution fille d'acide oxalique de concentration $5,00 \cdot 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$ à partir d'une solution mère d'acide oxalique de concentration $1,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$.

Etablir le protocole expérimental pour réaliser cette solution.

4- Mise en place du dosage

Un titrage (ou dosage) est une manipulation qui permet de déterminer la concentration précise d'une espèce en solution.

Un titrage consiste à faire réagir une solution S_A de concentration inconnue (solution titrée) avec une solution S_B de concentration connue (solution titrante), en introduisant progressivement la solution S_B dans la solution S_A . Le point d'équivalence est le moment où la quantité de solution S_B additionnée à la solution S_A correspond exactement à la quantité stœchiométrique nécessaire à la réaction chimique entre les deux solutions. Ce point d'équivalence peut être déterminé par différentes méthodes en fonction du type de réaction mise en jeu lors du dosage. Dans ce cas précis, la réaction de dosage correspond à une réaction entre un acide et une base, il s'agit

d'une réaction dite acido-basique. Pour ce type de réaction, l'identification du point d'équivalence se base sur le suivi du pH durant le titrage. Ainsi, la méthode la plus simple à mettre en œuvre est l'utilisation d'un indicateur coloré adapté à la réaction étudiée. Cet indicateur coloré a comme particularité de changer de couleur au point d'équivalence.

Le titrage nécessite les 2 solutions suivantes :

- Une solution d'acide oxalique diluée qui sera préparée par vos soins notée S_{A_f} de concentration C_{A_f} (en $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$) : c'est la concentration du réactif titré A_f .

Cette solution a pour volume V_{A_f} (en L) : c'est le volume fixe de la solution titrée au début de la manipulation, qui se trouve dans le bécher.

- Une solution S_B de concentration C_B (en $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$) : c'est la concentration de réactif titrant B. La concentration C_B doit être connue

avec précision. Lors du TP vous aurez à votre disposition une solution de soude (NaOH) de concentration $C_B = 1.10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$.

Cette solution a pour volume V_B (en L) : c'est le volume de réactif titrant qu'on va ajouter progressivement. Il s'agit du volume versé à l'aide de la burette (volume équivalent).

- Quelle caractéristique doivent avoir les réactions mises en jeu pour un dosage ? Ecrire les réactions chimiques qui correspondent à ce dosage.
- Calculer le pH initial de la solution d'acide oxalique.
- Calculer le pH à la seconde équivalence (ne pas oublier de prendre en compte la dilution) pour laquelle il a été versé deux fois plus de mole de base forte qu'il y avait de mole d'acide initialement.

- Dire quel indicateur coloré parmi ceux proposés dans la table ci-dessous vous utiliseriez pour détecter la seconde équivalence. Quels sont les changements de couleur observés ?

Nom usuel	Couleur forme Acide - Base	pH zone de virage
Méthylorange ou héliantine	rouge - jaune orangé	3,1 - 4,4
Rouge de méthyle	rouge - jaune	4,2 - 6,2
Bleu de bromothymol (2 ^{ème} virage)	jaune - bleu	6,0 - 7,6
Phénolphtaléine	incolore - rose	8,0 - 9,9
Jaune d'alizarine G	jaune - lilas	10,0 - 12,0

- Etablir protocole expérimental permettant de vérifier la concentration de votre solution fille.