

## DOSAGES REDOX

But : réaliser quelques dosages fondamentaux utilisant les réactions d'oxydo-réduction. L'un des réactifs est ici coloré et son changement de couleur est utilisé pour détecter le point d'équivalence.

Masses molaires en g/mol :  $M_H=1,00$  ;  $M_C=12,0$  ;  $M_N=14,0$  ;  $M_O=16,0$  ;  $M_{Na}=23,0$  ;  $M_{Fe}=55,85$  ;  $M_S=32,0$  ;  $M_I=126,9$

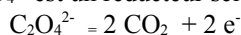
### I - MANGANIMÉTRIE

#### 1 - Dosage d'une solution de permanganate de potassium par une solution d'acide oxalique de titre connu

##### a) But

- Déterminer le titre exact de la solution oxydante de permanganate
- L'ion permanganate  $MnO_4^-$  (violet), en milieu acide, est oxydant et se transforme en ion  $Mn^{2+}$  (incolore).
- Ecrire la demi-équation rédox faisant intervenir ce couple.

- L'ion oxalate  $C_2O_4^{2-}$  est un réducteur selon :



C'est ici la forme diacide qui intervient.


- Ecrire la réaction de titrage.

##### b) Préparation d'une solution 0,05 mol/L d'acide oxalique

- Peser dans un bécher sec, environ 0,63 g d'acide oxalique pur en cristaux ( $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ ). Noter la masse exacte que vous avez pesée, et l'incertitude expérimentale.
- Dissoudre dans un peu d'eau, verser la solution obtenue dans une fiole jaugée de 100 cm<sup>3</sup>, recueillir les eaux de rinçage, compléter jusqu'au trait de jauge, bien homogénéiser.
- Calculer la concentration  $C_0$  de la solution obtenue. Evaluer  $\Delta C_0$ .

##### c) Dosage

- Placer la solution de permanganate dans la burette.
- Verser dans le verre à dosage 10 cm<sup>3</sup> de la solution d'acide oxalique et environ 2 cm<sup>3</sup> d'acide sulfurique concentré.

 On veillera impérativement à verser l'acide dans la solution (en non l'inverse !!!) afin d'éviter les projections d'acide concentré qui peuvent avoir de graves conséquences si elles atteignent les yeux en particulier. On portera gants et lunettes.

- Faire couler un peu de permanganate : au début, la réaction est lente, mais l'augmentation de la température et le pH voisin de 0 améliorent la cinétique. De plus, les ions  $Mn^{2+}$  formés catalysent la réaction.

- Verser du permanganate jusqu'à coloration rose persistante.
- Soit  $v_1$  le volume versé à l'équivalence. En déduire  $C_1$  la concentration de la solution de permanganate et  $\Delta C_1$ .

#### 2 - Dosage d'une solution de sulfate ferreux par la solution de permanganate de potassium

##### a) Réactions

- Une solution de Fe(II) est réductrice en milieu acide (couple  $Fe^{3+}/Fe^{2+}$ ).
- Ecrire les demi-équations qui entrent en jeu.
- Ecrire la réaction de titrage.

##### b) Mode opératoire

Placer dans le verre à dosage 10 cm<sup>3</sup> de solution de Fe(II) (sel de Mohr de formule  $FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot (H_2O)_x$ ), environ 20 cm<sup>3</sup> d'eau et environ 2 cm<sup>3</sup> d'acide sulfurique concentré. Verser le permanganate jusqu'à coloration rose persistante. Soit  $v_1$  le volume versé à l'équivalence.

*c) Résultats*

Calculer la concentration  $C_2$  de la solution de Fe (II). Evaluer  $\Delta C_2$ . Sachant que la solution a été préparée avec 39.2 g de cristaux de sel de Mohr par litre, calculer et estimer la précision de l'entier x.

## II - IODOMETRIE

### 1 - Préliminaire : test de l'empois d'amidon

- Préparer un demi tube à essais d'eau iodée très diluée (eau distillée + une goutte de solution de diiode).
- Ajouter une goutte d'empois d'amidon.
- Observer la coloration bleue intense qui apparaît.

Ce test peut être utilisé pour détecter, dans une solution, des traces d'iode au degré d'oxydation (0) (à l'état moléculaire  $I_2$ ) mais non au degré d'oxydation (-I) (ion iodure  $I^-$ ).

### 2- Dosage fondamental

*a) Principe*

- On dose une solution de diiode, agissant comme oxydant (couple  $I_2/I^-$ ), par une solution de thiosulfate de sodium ( $Na_2S_2O_3$ ), agissant comme réducteur (couple  $S_4O_6^{2-}/S_2O_3^{2-}$ ).
- Ecrire les demi-équations rédox et la réaction de titrage.

*b) Mode opératoire*

- Verre à dosage : 10cm<sup>3</sup> de la solution de diiode.
- Burette : solution décimolaire (c'est-à-dire à 0,10 mol/L) étalon de thiosulfate
- Faire couler lentement le thiosulfate dans la solution de diiode. Quand la coloration jaune a presque disparu, ajouter une ou deux gouttes d'empois d'amidon. Continuer l'addition de thiosulfate jusqu'à la disparition de toute trace bleue. Noter le volume de thiosulfate versé à l'équivalence.

*c) Résultats*

- Calculer la concentration de la solution de diiode, puis la masse de diiode par litre.
- Calculer la masse de sel commercial ( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ) qu'il faut dissoudre par litre pour obtenir la solution décimolaire étalon de thiosulfate.