

Expérience # 6

Détermination gravimétrique de la teneur en sulfates

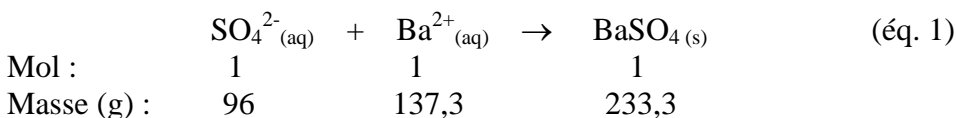
1. But

Le but de l'expérience consiste à effectuer la détermination gravimétrique des sulfates dans l'eau.

2. Théorie

L'anion sulfate, SO_4^{2-} est un ion qui joue un rôle très important au niveau des ressources hydriques. Il est un des indicateurs des précipitations acides et il est utilisé dans les traitements de l'eau comme agent de floculation sous la forme du sulfate d'aluminium, alum. Dans les eaux naturelles, il peut aussi provenir de la faible solubilité du gypse (CaSO_4) ou de l'oxydation de la pyrite de fer (FeS). La norme du MEF concernant l'ion sulfate se situe à un seuil inférieur à 150 mg/L ou 150 ppm.

Cet ion peut facilement être précipité grâce à l'ion baryum. La réaction ionique correspondante est :



La quantité du réactif précipitant BaCl_2 (d'où Ba^{2+}) doit être stoechiométriquement suffisante pour précipiter la totalité des sulfates. Comme la teneur en sulfates est incertaine dans un échantillon inconnu, on ajoute le réactif précipitant en excès de façon à s'assurer que le réactif limitant est l'ion sulfate. De plus, lorsque la précipitation est terminée, on ajoute un excès encore plus grand qui nous garantira que la totalité de l'analyte (SO_4^{2-}) est précipitée (si l'on observe aucune précipitation supplémentaire lors de cet ajout).

La réaction doit être effectuée à chaud et le réactif précipitant doit être ajouté très lentement afin de laisser le temps aux particules de précipité de s'agglomérer afin de former une plus grosse et plus dense entité qui sera facile à filtrer. Ces conditions expérimentales visent à favoriser le type de précipité cristallin (dense) par rapport au précipité colloïdal pour lequel les particules sont trop petites pour être filtrées par un moyen conventionnel. Un ajout trop rapide du réactif dans une solution trop froide favoriserait une précipitation trop rapide et les particules ne parviendraient pas à s'agglomérer. Le résultat de la détermination serait alors sous-estimé.

À la fin de l'ajout des réactifs, le mélange est laissé à reposer à chaud afin de promouvoir encore la formation lente de particules plus denses. Ce précipité sera alors lavé afin de le débarrasser de toutes particules étrangères qui pourraient s'y greffer. Par exemple,

advenant le cas où il reste des traces du réactif BaCl₂ collées au précipité, la masse sera alors surestimée. Pour s'assurer que le précipité est libre de tout résidu de chlorure de baryum, on profite de la faible solubilité du composé chlorure d'argent dans l'eau. Il suffit d'ajouter quelques gouttes d'une solution de nitrate d'argent (procurant les ions Ag⁺) au filtrat. La présence d'halogénures sera indiquée par l'apparition d'un précipité selon la réaction ionique suivante où X représente tout halogénure (F⁻, Cl⁻, ...):



Enfin le précipité doit être séché et pesé. Comme il est difficile de prévoir exactement le nombre de molécules d'eau d'hydratation, il est nécessaire de le chauffer à haute température (environ 800 °C) afin de s'assurer d'une composition constante.

La teneur en sulfates pourra être déterminée grâce à la stoechiométrie connue de la réaction de précipitation (éq. 1) et de la relation suivante :

$$\text{ppm}_{\text{SO}_4^{2-}} = \frac{m_{\text{sulfate}}(\text{mg})}{m_{\text{échantillon}}(\text{kg})} \quad (\text{éq. 3})$$

Attention : le précipité est sous la forme de sulfate de baryum et non pas sous la forme directe SO₄²⁻.

Suite...

* Raymond Chang, Luc Papillon, *Chimie fondamentale volume 1, 2^{ème} édition*, Chenelière, Montréal (2002). pages 79-85.

3. Mode opératoire

1. Prélevez exactement environ 100 g de votre solution inconnue de sulfates dans trois béchers de 400 mL bien **identifiés**. NOTE : Assurez vous de choisir une balance ayant une capacité suffisante pour peser la masse totale, bécher + échantillon.
2. Installez une plaque chauffante sous une hotte et chauffez doucement vos trois solutions en même temps. Il est nécessaire d'éviter l'ébullition afin de ne pas perdre une seule goutte de la solution.
3. Pendant que les solutions chauffent, ajoutez 1 mL d'acide chlorhydrique 6M à chacune d'elles. Ajoutez aussi quelques gouttes de l'indicateur méthyl rouge. La couleur orangé vous permettra d'être certain que le pH se situe autour de 4-5.

4. Ajoutez ensuite très lentement et sous agitation constante (ne mélangez pas les tiges de verre utilisées pour brasser) 100 mL d'une solution de chlorure de baryum dihydraté 1,5% p/p. Un précipité blanc de BaSO_4 se formera.
5. Laissez digérer les précipités pendant 30 minutes en maintenant un chauffage inférieur à la température d'ébullition. De temps à autre, ajoutez quelques gouttes de la solution de BaCl_2 pour vous assurer que la précipitation est complète. Il est impératif que le réactif limitant soit l'ion SO_4^{2-} que nous déterminons et non pas le réactif précipitant Ba^{2+} .
6. Pendant la digestion, pesez trois creusets identifiés avec leur couvercle au dixième de milligramme près (les creusets ont été préalablement chauffés et se trouvent dans des dessiccateurs). Assurez-vous de ne pas contaminer ces derniers lors des manipulations.
7. Préparez ensuite un montage à filtration par gravité (entonnoir en verre à long bec monté sur un support) sur votre table. Installez aussi le montage d'un statif muni d'un anneau et d'un triangle de porcelaine sous la hotte. La hauteur de l'anneau supportant le triangle de porcelaine doit être ajustée pour chauffer avec un brûleur.
8. Laissez refroidir un peu les solutions contenant les précipités et filtrez chacune sur le montage à filtration en utilisant un papier filtre de type sans résidu (ashless) plié en forme de cône. Il est impératif de ne pas perdre aucune particule du précipité. Essayez de filtrer la majorité de la solution surnageante sans laisser passer le précipité avant la fin. Lavez le précipité et le bécher avec un peu d'eau distillée préalablement chauffée.
9. Continuez à rincer le précipité dans le papier filtre jusqu'à ce qu'il ne reste aucune présence de chlorures, Cl^- . Cette étape est vérifiée par l'ajout de quelques gouttes de nitrate d'argent (qui tâche les mains...) dans le **filtrat**. Évidemment, le filtrat est préalablement recueilli dans une éprouvette propre.
10. Pliez le papier filtre et le précipité et ajoutez le tout dans un creuset que vous avez déjà pesé. Assurez-vous de pouvoir retracer chaque échantillon...
11. Lorsque la première filtration est terminée, un des partenaires peut commencer la calcination du précipité. Pour ce faire, il devra chauffer doucement le creuset avec le couvercle légèrement entrouvert à l'aide du brûleur. Il est important de chauffer doucement au départ afin d'éviter de produire une flamme qui résulterait en la perte du précipité que nous calcinons. Lorsque le papier filtre est entièrement consommé, nous pouvons chauffer au maximum pendant une quinzaine de minutes.
12. Laissez refroidir au dessiccateur et pesez à masse constante. Pendant ce temps, terminez vos autres échantillons.

4. Cahier de laboratoire

1. Titre de l'expérience
2. But
3. Résumé des manipulations sous la forme d'un organigramme
4. Données et observations

5. Rapport de laboratoire

1. Page titre
2. Données et observations (3,0 pts)

Tableau # 1. Données expérimentales

Essai #	1	2	3
Masse de la solution inconnue #__ (± g)			
Masse du creuset + couvercle vide (± g)			
Masse totale après calcination (± g)			

OBSERVATIONS :

3. Calculs (3,5 pts)
 1. Calculez la masse de l'ion SO_4^{2-} dans votre précipité de BaSO_4 .
 2. Déterminez la teneur en sulfates dans votre solution inconnue. Exprimez cette teneur en ppm de SO_4^{2-} .
 3. Dans l'éventualité où les sulfates ne proviennent que du gypse dissous (CaSO_4) dans l'eau, exprimez la teneur en ppm de CaSO_4 .
 4. Si les sulfates mesurés provenaient de l'oxydation du sulfure de fer (II) (pyrite), déterminez la teneur exprimée en ppm de FeS .

Note : Démontrez tous vos calculs (calculez aussi les incertitudes absolues).

4. Résultats (3,5 pts)

***** La qualité des résultats est évaluée*****

Tableau # 2 Résultats de la détermination des sulfates dans la solution inconnue # _____

Essai #	1	2	3	moyenne
Masse échantillon prélevé (± g)				
Masse du précipité (BaSO ₄) (± g)				
Masse de SO ₄ ²⁻ ppté (± g)				
Teneur en SO ₄ ²⁻ (± ppm)				
Teneur exprimée en CaSO ₄ (± ppm)				
Teneur exprimée en FeS (± ppm)				