

Expérience # 2

Détermination des types de précipités et des caractéristiques des métaux et ions

1. But

Le but de cette expérience est de se familiariser avec les méthodes qualitatives. Nous tenterons d'abord d'établir les caractéristiques des précipités et des solutions et ensuite, nous effectuerons des tests à la flamme afin d'élucider les caractéristiques de métaux communs.

2. Théorie

La précipitation est une opération importante lors des analyses qualitatives et quantitatives. Le type de précipité déterminera directement la qualité d'une analyse quantitative. Le but est premièrement d'obtenir une précipitation complète et ensuite un précipité facile à filtrer. Lors d'une précipitation, on peut s'attendre à cinq types de précipités en allant du plus souhaitable au moins souhaitable :

1. Le précipité cristallin : Ce type de précipité est formé de grosses particules visibles à l'œil nu à la forme régulière et lisse (peu poreuse). Les particules se déposent rapidement au fond (car elles sont volumineuses et denses) et sont faciles à décanter ou à filtrer.
2. Le précipité granuleux : Le précipité est dense et se dépose rapidement. Cependant sa forme n'est pas très régulière. Des impuretés peuvent se glisser dans les pores formés à sa surface. Encore une fois, il sera facile à filtrer ou à décanter.
3. Le précipité à fines particules (finement divisé, poudreux) : Les particules sont très petites et sont visibles à l'œil nu. Comme elles sont moins denses, elles se déposent très lentement et ont tendance à boucher les pores du filtre lorsque l'on tente de les filtrer. De plus, les plus petites particules passent au travers du filtre. On obtient donc une masse de précipité plus faible que celle attendue.
4. Le précipité gélatineux : Comme le nom l'indique, l'apparence est comparable à celle du « Jello ». Plusieurs impuretés (incluant le solvant) sont trappées dans sa matrice qui est impossible à décanter et presque impossible à filtrer.
5. Le précipité colloïdal : Ce type de précipité est formé de particules si fines qu'elles passent au travers des pores d'un filtre conventionnel... Elles sont difficiles voire impossible à distinguer à l'œil nu. On peut cependant les observer par effet tyndall à l'aide d'une lumière. Le gras dans le lait constitue un bon exemple d'une solution colloïdale.

Le mécanisme de formation des précipités sera vu plus en détail à une expérience subséquente.

L'analyse qualitative permet de déterminer les ions présents dans un échantillon quelconque. Différents tests permettent de déterminer la composition d'un mélange. Pour les solutions aqueuses, la couleur et l'aspect de la solution permettront de révéler certains indices sur la nature des ions qu'elle contient. Par la suite, plus de précision sera apportée par la précipitation des anions et des cations. Les caractéristiques observées lors de ces tests permettront d'identifier tous les ions. Pour les échantillons solides, on procédera par la dissolution ou par les tests à la flamme. En effet, la combustion des métaux produit une couleur de flamme qui est particulière au métal en question. Cette propriété est largement utilisée lors des feux d'artifice.

Voici quelques caractéristiques d'ions communs qui nous permettront de préciser les tests qualitatifs auxquels on doit apporter une attention plus particulière :

Tableau # 1 Caractéristiques de quelques ions en solution

Ion	Couleur en solution
Cuivre II	Bleu
Cuivre II en milieu fortement acide	Vert
Fer III	Jaune
Fer II (solution concentrée)	Vert
Nickel II	Vert clair
Cobalt II	Rose
Chromate (CrO_4^{2-})	Jaune
Dichromate ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$)	Orangé
Permanganate (MnO_4^-)	Violet

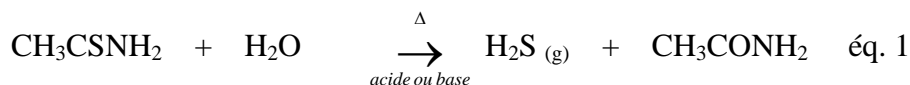
Le pH de la solution doit toujours être mesuré conjointement à ces tests préliminaires car il a une influence directe sur la présence ou non d'un ion en solution. Par exemple, nous savons que l'acide sulfurique se dissocie en deux équivalents, le premier formant l'ion HSO_4^- et le second l'ion SO_4^{2-} . Connaissant le K_a de chaque équivalent, nous savons qu'en milieu fortement acide, l'ion sulfate sera absent. Évidemment, ici cette considération n'est pas très importante car toutes les espèces reliées à l'acide sulfurique sont incolores... Dans le cas de d'autres ions la situation peut être différente.

Concernant les solides, un test à la flamme peut être effectué en guide de test préliminaire. Pour ce faire, le sel est déposé sur un fil d'alliage Ni-Cr plié de manière à former une anse qui est mouillée avec de l'acide chlorhydrique dilué. Le tout est ensuite amené dans la flamme d'un brûleur. La couleur émise donne des indices sur la présence d'un métal quelconque. Les couleurs caractéristiques sont :

Tableau # 2 Caractéristique de métaux sous la flamme

Ion	Couleur émise sous la flamme
Strontium et Lithium	Rouge carmin
Calcium	Orangé
Sodium	Jaune brillant
Bismuth III et Baryum	Vert pâle
Cuivre II et acide borique	Vert vif
Plomb II	Bleu pâle (presque gris)
Potassium	Violet pâle
Cyanure (CN)	Violet intense

Il est aussi possible de séparer les ions métalliques grâce à leur différence de solubilité dans différents milieux. La précipitation de ceux-ci sous la forme de sulfures permet d'atteindre cette fin. L'opération s'effectue en mettant l'ion métallique en présence d'acide sulfhydrique (H₂S). Le problème est que ce composé dégage une odeur très nauséabonde et aussi qu'il est très toxique. Ce gaz est responsable de la mort de plusieurs travailleur(euse)s qui oeuvrent avec les déjections humaines et animales. Pour contrer partiellement ce problème, on utilise une réaction chimique qui génère le réactif in situ. La réaction consiste à l'hydrolyse du thioacétamide en acétamide et en acide sulfhydrique selon :



Le montage utilisé est illustré ci-bas:

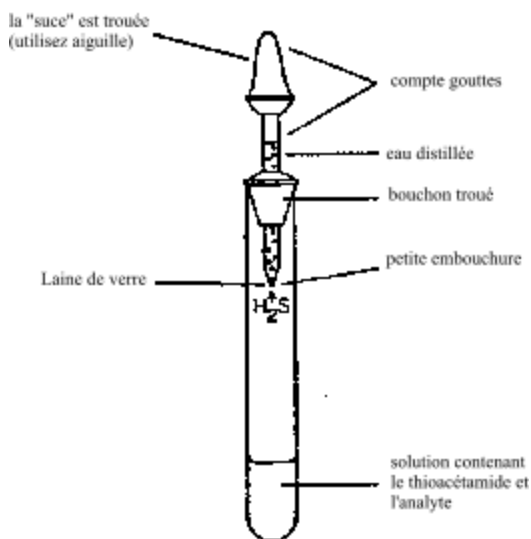


Figure 1. Montage pour générer le H₂S à partir du thioacétamide

* Raymond Chang, Luc Papillon, *Chimie fondamentale volume 1, 2^{ième} édition*, Chenelière, Montréal (2002). pages 135-40.

3. Mode opératoire

3.1 Détermination des types de précipités

1. Formation d'un précipité cristallin : Ajoutez 5 gouttes d'une solution de BaCl_2 1M dans une éprouvette. Versez 1 mL de HCl 6M et agitez vigoureusement. Laissez reposer et observez. Essayez de décanter le liquide surnageant.
2. Formation d'un précipité granuleux : Ajoutez 1 mL d'une solution de nitrate d'argent 0,5 M dans une éprouvette propre et ajoutez lentement 5 à 10 gouttes d'acide chlorhydrique 6M (goutte à goutte) Agitez vigoureusement après chaque ajout. Laissez reposer et observez. Essayez de décanter le liquide surnageant.
3. Formation d'un précipité à fines particules : Versez 1 mL d'eau distillée dans une éprouvette propre. Ajoutez 5 gouttes de chlorure de baryum 1M et 2 gouttes de sulfate d'ammonium 5M. Agitez et laissez reposer. Observez. Centrifugez le tout et essayez de décanter.
4. Formation d'un précipité gélatineux : Versez 1 mL de nitrate ferrique 0,1M dans une éprouvette propre et ajoutez 1 mL d'hydroxyde d'ammonium 6M. Agitez et notez vos observations. Centrifugez et observez à nouveau.
5. Formation d'un précipité colloïdal : Versez 1 mL d'acide nitrique 6M dans une éprouvette propre et ajoutez 1 goutte de thioacétamide (CH_3CSNH_2) 2M. Chauffez la solution et il y aura oxydation et formation de soufre solide. Observez et centrifugez. Chauffez à nouveau et observez. **NOTE : observez avec un faisceau laser.**

3.2 Séparation par les sulfures

1. Vérifiez la précipitation de sulfures en milieu acide. Pour ce faire, versez 1 mL de chaque solution de cation dans une éprouvette à centrifugation. Ajoutez 2-3 gouttes d'acide chlorhydrique 6M et 5 gouttes de thioacétamide 2M. Agitez et déposez dans un bécher d'eau bouillante pendant 10 minutes (évidemment, prenez les moyens nécessaire pour ne pas perdre le contenu des éprouvettes). Observez et conservez les précipités pour des tests subséquents.
2. Vérifiez la précipitation de sulfures en milieu basique. Pour ce faire, versez 1 mL de chaque solution de cation dans une éprouvette à centrifugation. Ajoutez 1 mL d'ammoniaque 6M et agitez vigoureusement. Versez 5 gouttes de thioacétamide 2M. Agitez et déposez dans un bécher d'eau bouillante pendant 10 minutes (évidemment, prenez les moyens nécessaire pour ne pas perdre le contenu des éprouvettes). Observez et conservez les précipités pour des tests subséquents.

Tableau # 3 Observations de la précipitation sous forme de sulfures

Cation	Milieu acide	Milieu basique
Cadmium II		
Fer III		
Zinc II		
Cobalt II		

- Décantez le liquide surnageant de chaque éprouvette qui contient un précipité et rincez avec environ 2 mL d'eau distillée. Centrifugez à nouveau et décantez le surnageant.
- Testez la solubilité des précipités dans l'acide nitrique 6M, dans l'acide acétique 6M, dans l'hydroxyde de sodium 6M et dans une solution d'eau régale (1 mL de HCl 6M avec 5 gouttes de HNO₃ 6M). *Évidemment, assurez-vous de séparer votre précipité pour chaque test ou de faire un échange avec d'autre(s) équipe(s).*

3.3 Détermination des caractéristiques d'ions particuliers

- Observez la couleur de différents sels en phase solide et/ou aqueuse. Certaines solutions seront préparées à l'avance et vous devrez préparer les autres.
- Il est important de remarquer la couleur associée à chaque ion, cation et anion. Vous devrez vérifier la couleur des ions : cuivre II, nickel II, chromate, nitrate, sodium, cobalt II, chlorure, potassium, permanganate, dichromate, fer III.

3.4 Essais à la flamme (si le temps le permet)

1. Nettoyez un fil d'alliage nichrome par l'immersion dans une solution de HCl diluée 2M et chauffez au rouge à l'aide d'un brûleur (la flamme doit être non éclairante, sans jaune). ATTENTION À VOS DOIGTS!!! Lors de ce chauffage, la couleur de la flamme devrait être inchangée. Si ce n'est pas le cas, il faut laver à nouveau.
2. Mouillez l'anse du fil avec la solution de HCl et déposez quelques grains du solide sur celle-ci. Portez au brûleur et observez. Les solides à étudier vous seront suggérés au début du laboratoire.

4. Cahier de laboratoire

1. Titre de l'expérience
2. But
3. Dessinez ou collez un schéma du montage pour la précipitation des sulfures
4. Collez la partie manipulation de votre protocole dans votre cahier de laboratoire
5. Données et observations

5. Rapport de laboratoire

1. Page titre
2. Données, observations et résultats (8,0 pts)
 - Écrivez les équations ioniques nettes pour la formation de chaque précipité de la partie 3.1 et résumez vos observations pour chacun.
 - Complétez le tableau #3 précédent et ajoutez un tableau présentant la solubilité et les caractéristiques de chaque précipité de cette partie dans les différents milieux. Évidemment, donnez la formule chimique des précipités en question.
 - Dressez un tableau résumant vos observations pour la partie 3.3.
 - Ajoutez un tableau présentant les observations du test à la flamme.
3. Discussion (2,0 pts)
 - Expliquez comment il serait possible de séparer un mélange contenant du fer, du cobalt, du zinc et du cadmium.
 - Comment pourrait-on confirmer la nature de chaque fraction (séparée par la méthode des sulfures? Expliquez