

Expérience # 3

Analyse qualitative des anions

1. But

Le but de l'expérience consistera à identifier tous les anions présents dans un mélange.

2. Théorie

L'analyse qualitative des ions s'effectue en divisant ces derniers en groupes. Pour les anions, la division est en trois groupes et est déterminée par le réactif précipitant qui précipitera les anions en question.

Tableau # 1 Division des groupes d'anions

Groupe I <i>Précipités par BaCl₂ en milieu alcalin</i>	Groupe II <i>Précipités par AgNO₃ dans HNO₃ dilué</i>	Groupe III <i>Ne sont pas précipités par les réactifs précédents</i>
Arsenate, AsO ₄ ³⁻	Bromure, Br ⁻	Acétate, CH ₃ COO ⁻
Borate, BO ₃ ³⁻	Chlorure, Cl ⁻	Nitrate, NO ₃ ⁻
Carbonate, CO ₃ ²⁻	Iodure, I ⁻	Permanganate, MnO ₄ ⁻
Chromate, CrO ₄ ²⁻	Sulfure, S ²⁻	
Phosphate, PO ₄ ³⁻	Cyanure, CN ⁻	
Silicate, SiO ₃ ²⁻	Thiocyanate, SCN ⁻	
Sulfate, SO ₄ ²⁻	Thiosulfate, S ₂ O ₃ ²⁻	
Sulfite, SO ₃ ²⁻		

Ces tests qualitatifs peuvent générer des faux positifs. En effet, certains ions peuvent interférer avec le test dans l'éventualité où ils sont aussi précipités par le réactif précipitant. Une solution qui contient des cations Ag⁺ et aucun sulfate produira un précipité de AgCl lors de l'ajout du chlorure de baryum pour le test des sulfates...

Avant de commencer, les observations sont importantes à interpréter. La couleur permet déjà de se faire une idée. Toutefois, il faut être très prudent car la couleur pourrait provenir du cation et non de l'anion (notez que la majorité des anions sont incolores en solution).

Le pH (mesuré en déposant une goutte de la solution sur un papier tournesol) pourra permettre d'éliminer certains ions qui ne peuvent pas exister en solution acide. Par exemple, l'ion carbonate sera présent en milieu alcalin tandis que l'ion bicarbonate apparaîtra en milieu acide.

Suite aux observations préliminaires, les tests de groupes seront effectués afin d'identifier les groupes d'ions présents dans le mélange. D'autres tests généraux pourront permettre d'identifier la présence d'ions oxydants, réducteurs ou volatiles.

Ions oxydants <i>L'iodure de potassium est transformé en iode et la couleur devient violacée lors de l'ajout de CCl₄</i>	Ions réducteurs <i>Font disparaître la couleur du permanganate de potassium</i>	Ions volatiles <i>Forment un gaz lors de l'acidification avec un acide fort</i>
Permanganate, MnO ₄ ⁻	Sulfite, SO ₃ ²⁻	Sulfite, SO ₃ ²⁻
Chromate, CrO ₄ ²⁻	Iodure, I ⁻	Sulfure, S ²⁻
* Arsenate, AsO ₄ ³⁻	Sulfure, S ²⁻	Carbonate, CO ₃ ²⁻
* Nitrate, NO ₃ ⁻	Bromure, Br ⁻	
Dichromate, Cr ₂ O ₇ ²⁻	Thiosulfate, S ₂ O ₃ ²⁻	
Certains cations (interférence)	Certains cations (interférence)	

* Test dont le résultat est très faible donc incertain...

Enfin, lorsque les tests d'ordre général sont effectués, nous passons à l'analyse plus fine des anions que l'on peut retrouver dans un groupe ou dans l'autre.

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

3. Mode opératoire

Note : Votre solution inconnue est composée de 3 anions qui sont répartis à l'intérieur de 2 groupes. Choisissez judicieusement les tests à effectuer ☺

3.1 Détermination des groupes d'anions

1. Vérifiez le pH de votre solution en déposant une goutte de votre solution inconnue sur un papier à pH.
2. Déterminez les groupes d'anions présents dans votre solution inconnue. Pour ce faire, versez 1 mL de votre solution inconnue dans deux éprouvettes propres (si vous prévoyez centrifuger, employez une éprouvette à cet effet ☺).
3. Dans la première éprouvette, rendez le milieu alcalin avec de l'ammoniaque 6M (goutte à goutte avec un léger excès que l'inconnu soit alcalin ou non). Ajoutez ensuite 1 mL d'une solution 1M de chlorure de baryum et agitez vigoureusement. La formation d'un précipité indiquera la présence d'anions du groupe I. Notez toutes vos observations et conservez le précipité et le surnageant s'il y a lieu.
4. Dans la seconde éprouvette, ajoutez 1 mL de nitrate d'argent 0,5M et agitez vigoureusement. Observez. Acidifiez la solution avec l'acide nitrique 6M. La présence d'un précipité indique le groupe II. Notez vos observations et conservez le précipité et le surnageant s'il y a lieu.
5. Si les deux tests précédents sont négatifs, il est possible que vous soyez en présence du groupe III. Seul les tests plus spécifiques le confirmeront.

3.2 Détermination du pouvoir d'oxydation ou de réduction

1. Versez 1 mL de votre solution inconnue dans une éprouvette propre. Acidifiez avec l'acide sulfurique 3M et ajoutez un excès de 5 gouttes. Ajoutez 1 goutte de permanganate de potassium 0,01M. La décoloration indique la présence d'un réducteur. Pour confirmer ajoutez 1 à deux gouttes supplémentaires et vérifiez à nouveau la décoloration.
2. Versez 1 mL de votre solution inconnue dans une éprouvette propre. Acidifiez avec l'acide chlorhydrique 6M. Ajoutez un excès de 10 gouttes. Ajoutez 10 gouttes d'iodure de potassium 1M et 1 mL de tétrachlorure de carbone. Insérez un bouchon et agitez vigoureusement. Si le bas de l'éprouvette devient fortement violet, la solution contient un oxydant. Une faible teinte est ignorée.

3.3 Détermination des espèces volatiles

1. Ajoutez 1 mL de la solution inconnue dans une éprouvette propre. Versez lentement sur les parois le contenu d'un compte-gouttes d'acide sulfurique 3M. Observez la présence d'effervescence. Ce test indique la présence ou non d'anions volatiles.

3.4 Détermination d'anions individuels

1. **Sulfite** : Centrifugez le précipité du test du groupe I. Décantez et conservez aussi le surnageant dans une grande éprouvette **pour le test des sulfures**. Ajoutez 1 mL d'eau distillée au précipité. Agitez et ajoutez 5 gouttes de HCl 6M et 5 gouttes de BaCl₂ 1M. Agitez, centrifugez et conservez le surnageant dans une éprouvette. Le surnageant ne doit pas être brouillé. Ajoutez alors 5 gouttes de peroxyde d'hydrogène 3% à ce dernier. Laissez reposer 5 minutes. Un précipité blanc finement divisé (BaSO₄) indique la présence de l'anion sulfite.
2. **Sulfure** : Acidifiez le surnageant de l'étape précédente avec l'acide acétique 6M. Ajoutez 3 gouttes d'acétate de plomb 1M sur un papier filtre et insérez ce bout de papier dans l'embouchure de l'éprouvette. Chauffez doucement au brûleur pour faire bouillir la solution. L'apparition d'une tâche brune ou argentée sur le papier d'acétate de plomb indique la présence d'un sulfure.
3. **Sulfate** : ajoutez 1 mL de la solution inconnue dans une éprouvette et acidifiez avec de l'acide chlorhydrique 6M. Ajoutez un léger excès. Chauffez dans un bain marie pendant 5 minutes. Décantez le surnageant (centrifugez si nécessaire) dans une éprouvette propre et ajoutez 5 gouttes de BaCl₂ 1M. L'apparition d'un précipité blanc et fin de sulfate de baryum indique la présence de l'anion sulfate.
4. **Phosphate** : Ajoutez 1 mL de la solution inconnue à une éprouvette propre. Rendez le milieu alcalin avec un léger excès de NH₄OH 6M. Ajoutez 1 mL de d'une solution mixte de magnésium (magnesia mixture) et agitez. Laissez reposer pendant 5 minutes en agitant de temps à autre. Si aucun précipité n'est formé, il n'y a pas de phosphate. Sinon, centrifugez le précipité de phosphate combiné d'ammonium et de magnésium et jetez le surnageant. Ajoutez encore 1 mL de la solution mixte de magnésium, mélangez, centrifugez et jetez le surnageant. Ajoutez 1 mL de HNO₃ 6M au précipité pour le solubiliser. Ajoutez enfin 1 mL de molybdate d'ammonium **0,5M**. La présence de phosphates est confirmée par l'apparition d'un précipité jaune de (NH₄)₃PO₄·(MoO₃)₁₂.
5. **Carbonate** : Trouvez une grande éprouvette munie d'un bouchon troué auquel est attaché un tube ou une tige de verre trouée et coudée. Attachez cette éprouvette à

un pied métallique et amenez l'embouchure du tuyau ou de la tige de verre dans une autre éprouvette contenant 2 mL d'eau distillée, 1 mL de NaOH 6M et 1 mL de BaCl₂ 1M (l'éprouvette est aussi fixée). *Note : Il faut que cette solution soit claire, si ce n'est pas le cas, centrifugez et/ou décantez.* Versez 2 mL de la solution inconnue dans la grande éprouvette et ajoutez 2 mL de peroxyde 3%. Mélangez et ajoutez 2 mL de CH₃COOH 6M. Rapidement, insérez le bouchon avec le tube et complétez le montage. Chauffez doucement la solution et faites échapper les bulles dans l'éprouvette contenant le chlorure de baryum. L'apparition d'un précipité de carbonate de baryum indique la présence de l'ion carbonate.

6. **Chlorure** : Versez 1 mL de la solution inconnue dans un bécher de 25 mL auquel vous ajoutez 5 gouttes de chromate de potassium 1M et 2 mL d'acide nitrique 6M. Chauffez sur une plaque chauffante pour évaporer la moitié du liquide. Et versez dans une éprouvette. Ajoutez 1 mL d'acide nitrique 6M et 10 gouttes de nitrate d'argent 0,5M. S'il n'y a pas de précipité, c'est que l'ion chlorure est absent. S'il y a un précipité, centrifugez et jetez le liquide surnageant. Ajoutez 1 mL d'eau distillée, 5 gouttes de peroxyde d'hydrogène 3% et 5 gouttes d'acide nitrique 6 M au précipité. Chauffez à ébullition, centrifugez et jetez le surnageant. Répétez cette étape tant qu'il restera de la couleur (on veut se débarrasser des chromates et ne conserver q'un précipité blanc de AgCl). Ajoutez 15 gouttes d'ammoniaque 6M pour dissoudre le précipité. Ajoutez enfin 1 mL d'acide nitrique 6M à la solution. L'apparition d'un précipité de chlorure d'argent confirme la présence de chlorures.
7. **Nitrate** : Ajoutez 1 mL de la solution inconnue dans une éprouvette et acidifiez en ajoutant CH₃COOH 6M. Agitez et ajoutez goutte à goutte une solution d'acétate de plomb 1M jusqu'à ce qu'il n'y ait plus formation de précipité. L'excès ne doit pas dépasser 5 gouttes. Centrifugez et conservez le surnageant dans une éprouvette propre. Ajoutez 2 mL d'une solution saturée (0,04M) de sulfate d'argent et 5 gouttes d'acide sulfurique 3M. Mélangez, centrifugez et conservez le surnageant dans une autre éprouvette. Ajoutez une petite pointe de spatule de chlorure ferreux au surnageant et agitez pour tout dissoudre. Fixez l'éprouvette à un angle de 45° et ajoutez lentement sur la paroi de l'éprouvette environ 2 mL d'acide sulfurique concentré. Ne mélangez pas. Observez contre un fond blanc. S'il y a présence de l'ion nitrate, vous observerez une teinte brune ou pourpre à l'interface des deux liquides.

8. **Acétate** : Versez 1 mL de la solution inconnue dans une éprouvette et ajoutez 1 mL de peroxyde 3%. Agitez et chauffez légèrement pendant 1 minute. Ajoutez 1 mL d'acide sulfurique 3M et portez à ébullition en mélangeant. L'odeur caractéristique du vinaigre indique la présence de l'ion. NOTE : portez les vapeurs à votre nez en les poussant doucement avec votre main. N'allez surtout pas foutre votre nez directement au dessus de l'éprouvette!!!

4. Cahier de laboratoire

1. Titre de l'expérience
2. But
3. Résumé des manipulations sous la forme d'un organigramme
 - L'organigramme doit représenter la séparation de chaque ion pour chacun des groupes. Les réactifs ne sont décrits que très sommairement.
 - DEMANDEZ à votre professeur de préciser en classe la forme que doit avoir cet organigramme des manipulations.
 - Laissez suffisamment d'espace sur cet organigramme pour pouvoir résumer vos observations pour chaque ion et groupe.
4. Données et observations
 - Notez toutes vos observations directement sur votre organigramme. Si nécessaire, ajoutez des annotations à la fin de l'organigramme. Assurez-vous de noter un renvoi à ces dernières sur votre organigramme.

5. Rapport de laboratoire

1. Page titre
2. Données et observations (6,0 pts)
 - Résumez et expliquez toutes vos observations pour chaque partie de l'expérience.
 - Écrivez les équations chimiques correspondantes après chaque explication.
3. Résultats (3,0 pts) ***** La qualité des résultats est évaluée*****
 - Donnez la composition (identifiez tous les anions) de votre mélange inconnu.
4. Discussion (1,0 pt)

- Dans un court texte, résumez les principales difficultés de l'expérience et suggérez au moins 2 améliorations pertinentes.