

# Expérience # 8

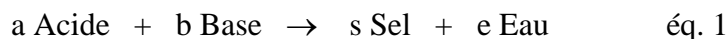
## Titration acido-basique direct et en retour

### 1. But

L'objectif de cette expérience est d'étalonner une solution de HCl et de l'utiliser pour déterminer la concentration d'autres substances. L'expérience permettra de se familiariser avec la méthode du titrage volumétrique direct et du titrage à rebours (en retour).

### 2. Théorie

La réaction d'un acide avec une base conduit inévitablement à la formation d'un sel et d'eau selon:



où a, b, s et e représentent les coefficients stoechiométriques.

Cette équation générale permet de déterminer la concentration d'une solution acide ou basique à l'aide d'une solution appropriée (acide ou basique) de concentration connue. Cette méthode de détermination de la concentration est appelée "titrage acido-basique". Notez que le mot "titration" représente la traduction anglaise du mot titrage. Ce terme ne devrait donc apparaître dans aucun texte rédigé en français...

Un titrage acido-basique typique s'effectue en ajoutant, à l'aide d'une burette, un volume précis de la solution de concentration connue à une quantité mesurée de la substance dont on veut déterminer la concentration. Il faut toutefois remarquer que la situation inverse s'applique aussi bien pour effectuer la détermination. Le titrage se termine lorsque le rapport stoechiométrique du nombre de moles de l'acide  $\left(\frac{n_A}{a}\right)$  égale celui de la base  $\left(\frac{n_B}{b}\right)$

selon:

$$\left(\frac{n_{HA}}{a}\right) = \left(\frac{C_{HA} V_{HA}}{a}\right) = \left(\frac{m_{HA}/MM_{HA}}{a}\right) = \left(\frac{n_B}{b}\right) = \left(\frac{C_B V_B}{b}\right) = \left(\frac{m_B/MM_B}{b}\right) \quad \text{éq. 2}$$

où, n: nombre de mole(s), C: concentration molaire volumique (M), V: volume (L), m: masse de composé, MM: masse molaire du composé.

La fin de la neutralisation (du titrage), est appelée: le point équivalent ou le point d'équivalence et le volume de titrant requis pour neutraliser l'analyte correspond au volume équivalent. Ce point peut être déterminé exactement lorsque le pH est contrôlé. Cependant, l'usage d'un pH-mètre requiert plus de temps pour effectuer la détermination.

Ainsi, pour limiter le temps requis pour la détermination, on utilise souvent un indicateur acido-basique qui change de couleur dans une gamme de pH connue. Ce colorant permet d'obtenir un point de fin de titrage qui s'approche du point d'équivalence et qui se nomme: le point de virage. Évidemment, il s'agit ici d'un estimé plus ou moins exact du point équivalent. Afin de limiter l'écart entre le volume équivalent réel (déterminé à l'aide du pH) et celui déterminé au point de virage, le choix de l'indicateur doit être fait de sorte que le point d'équivalence du titrage soit compris à l'intérieur de la zone de virage du colorant.

Cette détermination peut s'effectuer lorsque l'on connaît exactement la concentration ou le nombre de moles d'une des deux espèces. Pour ce faire, la substance de référence qui permet d'étalonner une autre solution doit posséder certaines qualités: elle doit être pure et elle doit être chimiquement stable. Peu de substances possèdent ces qualités. De telles substances sont nommées: standard primaire.

Généralement, les substances utilisées pour les titrages acido-basiques ne possèdent pas ces qualités. Elles doivent donc être étalonnées (standardisées) à l'aide d'un standard (étalon) primaire. Parmi ces composés chimiques de référence, on trouve:

**- pour étalonner les bases,**

l'hydrogénophthalate de potassium ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ) MM=204,23;  
l'acide sulfamique ( $\text{HNH}_2\text{SO}_3$ ) MM=97,10;  
l'acide oxalique dihydraté ( $\text{HOCCOOH} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) MM=126,07;  
l'acide benzoïque ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$ ) MM=122,13;

**- pour étalonner les acides,**

le carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) MM=106,0;  
le tris (hydroxyméthyl)aminométhane ( $(\text{CH}_2\text{OH})_3\text{CNH}_2$ ) MM=121,4.

La concentration de solutions peut aussi s'exprimer en équivalents par litre de solution. Cette unité de concentration se nomme "normalité" et est symbolisée par N. Le point d'équivalence d'un titrage acido-basique est atteint lorsque un équivalent d'acide (correspondant à 1 ion  $\text{H}_3\text{O}^+$  ou à 1 ion  $\text{H}^+$ ) a complètement neutralisé un équivalent de base (correspondant à 1 ion  $\text{OH}^-$ ). Ainsi, l'usage de cette unité permet de ne pas tenir compte des coefficients stoechiométriques. Ces derniers sont implicitement impliqués dans le calcul qui se résume à l'équation suivante:

$$N_A V_A = N_B V_B \quad \text{éq. 3}$$

où,  $N_A$  et  $N_B$  = normalité (N);  $V_A$  et  $V_B$  = volumes (L, mL)

Afin de préparer les solutions à étalonner, on utilise l'équation 3 en remplaçant les termes de la concentration de l'acide et de la base (exprimées en M ou en N) par les termes de la concentration de la solution concentrée et de la solution diluée. La concentration de solutions commerciales (aussi nommées solutions stocks) concentrées est écrite dans le tableau suivant pour plusieurs acides et bases d'usage courant.

**Tableau # 1: Concentrations approximatives de quelques solutions commerciales**

| NOM  | ~ % p/p                    | ~ M (mol/L) | ~ N (éq./L) |
|--|----------------------------|-------------|-------------|
| acide acétique glacial (CH <sub>3</sub> COOH)        | 99,8                       | 17,4        | 17,4        |
| acide chlorhydrique (HCl)                            | 37,2                       | 12,1        | 12,1        |
| acide nitrique (HNO <sub>3</sub> )                   | 70,4                       | 15,9        | 15,9        |
| acide phosphorique (H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> ) | 85,5                       | 14,8        | 44,4        |
| acide sulfurique (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )   | 96,0                       | 18,0        | 36,0        |
| ammoniaque (NH <sub>4</sub> OH)                      | 28,0 (en NH <sub>3</sub> ) | 14,5        | 14,5        |
| hydroxyde de potassium (KOH)                         | 45,0                       | 11,7        | 11,7        |
| hydroxyde de sodium (NaOH)                           | 50,5                       | 19,4        | 19,4        |

Dans certains cas, le titrage direct décrit précédemment ne peut pas s'appliquer au dosage de certaines substances car le temps de réaction entre le titrant et l'espèce titrée est trop long. Afin de remédier à ce problème, la technique du titrage à rebours est employée. Cette technique consiste à ajouter en excès une quantité connue de titrant afin d'accélérer la réaction et ensuite de déterminer la quantité excédentaire de titrant ajoutée. De cette façon, on peut déterminer le nombre de moles de la substance titrée par la différence entre le nombre de moles de titrant consommées et le nombre de moles de titrant résiduelles.

Suite de la théorie et exemples de calculs:

\* Skoog, West et Holler, *Chimie analytique, 7<sup>ième</sup> édition*, De Boeck Université, Paris (1997). pages 100-17, 189-92, 248-53 et A-23 à A-31.

### **3. Mode opératoire**

#### **Partie I: Préparation et étalonnage d'une solution d'acide chlorhydrique ~ 0,1M**

1. Préparez et étalonnez une solution d'acide chlorhydrique environ 0,1M.

#### **Partie II: Étalonnage d'une solution de NaOH environ 0,1 M**

1. Préparez et étalonnez une solution d'hydroxyde de sodium environ 0,1M.

#### **Partie III: Détermination de la teneur en NaOH du DRANO par titrage à rebours**

1. Pesez exactement environ 300 mg de DRANO dans un erlenmeyer de 125 mL et ajoutez exactement 50,00 mL de la solution de HCl étalonnée précédemment. Évidemment assurez-vous que votre échantillon sera représentatif (uniforme).
2. Ajoutez quelques gouttes de l'indicateur phénolphtaléine et titrez l'excès d'acide à l'aide de votre solution étalonnée de NaOH.
3. Répétez au moins deux fois les opérations 1 à 3.

#### **Partie IV: Détermination de la teneur en NaOH du DRANO par titrage direct**

1. Pesez exactement environ 250 mg de DRANO dans un erlenmeyer de 125 mL et ajoutez un peu d'eau pour le dissoudre.
2. Titrez directement avec votre solution de HCl. Choisissez l'indicateur approprié.

#### **Partie V: Détermination de la pureté (teneur) de l'aspirine préparée au laboratoire de chimie organique**

1. Ajoutez exactement environ 250 mg d'aspirine avec exactement 50,00 mL de NaOH 0,1M et environ 25 à 50 mL d'eau distillée dans une fiole conique de 250 mL.
2. Faites chauffer le tout sur une plaque chauffante pendant 10-20 minutes.
3. Titrez l'excès de NaOH en retour avec HCl. Choisissez l'indicateur approprié pour le titrage.

#### **Partie VI: Élaboration d'un protocole expérimental visant à déterminer la capacité de neutralisation d'un antiacide commun**

1. Notez tous les renseignements pertinents et essayez d'élaborer un protocole. Si le temps le permet, vous pourrez le mettre en œuvre.

#### **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. Résumez le protocole expérimental pour la détermination de la capacité de neutralisation de l'antiacide \_\_\_\_\_. Identifiez clairement toutes les quantités utilisées (ou à utiliser) (1,0 pt)
3. Données et observations (2,0 pts)
4. Calculs (3,0 pts) Démontrez tous vos calculs. **Calculez aussi les IA's**

*NOTE : Écrivez toujours les équations chimiques pertinentes.*

- Calculez les concentrations de vos solutions de HCl et de NaOH.
  - Déterminez le nombre de mmoles de HCl ajoutées à la masse de Drano. Calculez ensuite l'excès à l'aide du nombre de mmoles de NaOH requises pour le titrer. Par la différence, calculez le nombre de mmoles de NaOH qui se trouvaient dans l'échantillon titré. Déterminez enfin la masse de NaOH contenue dans l'échantillon et calculez la teneur en NaOH du Drano.
  - Calculez le nombre de mmoles de NaOH que l'on titre dans l'échantillon par titrage direct et déterminez le pourcentage massique en NaOH dans le DRANO.
  - Appliquez le même raisonnement que celui du titrage en retour du DRANO au titrage à rebours de l'aspirine afin d'en déterminer la pureté.
  - Si possible, vérifiez le pouvoir de neutralisation d'un antiacide.
5. Résultats (3,0 pts)
    - Présentez tous vos résultats qui incluent les résultats intermédiaires dans un nombre minimum de tableaux numérotés et bien identifiés.
  6. Discussion (1,0 pt)
    - Rappelez les principaux résultats (%p/p NaOH dans Drano méthode directe et à rebours, % pureté aspirine) et commentez leur fiabilité (justifiez).
    - Comparez les deux méthodes pour le titrage du Drano.