
SYNTHÈSE ET CARACTÉRISATION D'UN COMPLEXE

Objectif : Synthétiser un complexe de cuivre (II), puis déterminer sa formule.

Données :

- Masses molaires :

Elément	Cu	H	N	O	S
M (g · mol ⁻¹)	63,5	1,0	14,0	16,0	32,1

- Potentiels standards :

Couple	Cu ²⁺ _(aq) /Cu ⁺ _(aq)	I _{2(aq)} /I ⁻ _(aq)	S ₄ O ₆ ²⁻ _(aq) /S ₂ O ₃ ²⁻ _(aq)
E° (V)	0,16	0,54	0,08

- Conductivités molaires ioniques limites

Espèce	SO ₄ ²⁻	Ba ²⁺	NO ₃ ⁻
λ _i ^o (mS · m ² · mol ⁻¹)	16,0	12,7	7,14

- $pK_a(\text{NH}_4^+_{(\text{aq})}/\text{NH}_3_{(\text{aq})}) = 9,2$; $pK_s(\text{Cu}(\text{OH})_2) = 19,3$; $pK_s(\text{CuI}) = 9,4$

Synthèse du complexe

On souhaite synthétiser un sel constitué d'un complexe cuivre-ammoniac et d'ions sulfate, de formule $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_x(\text{H}_2\text{O})_y](\text{SO}_4)_z(\text{s})$.

Attention : On veillera à ne pas respirer de vapeurs d'ammoniac, la synthèse sera en particulier effectuée sous hotte.

1. Placer 3,1 g de CuSO₄, 5H₂O dans un erlenmeyer.
2. Ajouter sous la hotte 3 mL d'eau et 5 mL d'ammoniaque concentré. Agiter au moins 5 minutes (tout doit être dissous!). Attention aux vapeurs d'ammoniac : manipuler sous hotte, refermer le flacon rapidement et porter obligatoirement des lunettes.
3. Additionner 5 mL d'éthanol. Le sel complexe précipite.
4. Placer l'erlenmeyer dans un bain de glace pendant 40 min (toujours sous la hotte!).
5. Essorer sur Büchner. Laver le solide avec 5 mL d'ammoniaque concentré, puis 5 mL d'éthanol et enfin 5 mL d'éther. Ne pas laver à l'eau afin d'éviter une chute importante du rendement. Les lavages doivent être réalisés soigneusement.
6. Sécher au mieux le solide. Déposer le solide bien écrasé et bien étalé dans une boîte de Pétri préalablement tarée et le faire sécher à l'étuve. Quand le solide est sec, noter sa masse.

Estimation de la masse molaire du sel

7. Peser dans un bécher de 100 mL une masse connue précisément d'environ 150 mg de sel de cuivre synthétisé.
8. Introduire 10 mL d'eau distillée.
9. Ajouter goutte à goutte une solution d'acide éthanoïque CH_3COOH jusqu'au retour à la couleur bleu clair et dissolution complète du précipité. Ajouter 2 gouttes supplémentaires de solution d'acide éthanoïque afin d'être en léger excès. La solution est alors à un pH correct pour réaliser le titrage.
10. Ajouter environ 10 mL d'une solution de KI à $c_1 = 0,50 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. La couleur brune du diiode apparaît ainsi qu'un précipité de $\text{CuI}_{(s)}$.
11. Effectuer un titrage colorimétrique par une solution de thiosulfate de sodium à la concentration $c_2 = 0,050 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ en utilisant un indicateur coloré. On suppose que l'ion thiosulfate ne réagit qu'avec le diiode.

Exploitation : Utiliser le résultat du dosage pour déterminer la quantité de matière correspondant à ces 150 mg de complexe, et estimer la masse molaire du sel.

Titrage de l'ammoniac suivi par pH-métrie

12. Peser dans un bécher de 150 mL une masse connue précisément d'environ 75 mg de sel de cuivre synthétisé.
13. Ajouter un volume $V_0 = 15,0 \text{ mL}$ d'acide chlorhydrique à $c_3 = 0,10 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, et ajouter éventuellement assez d'eau (volume mesuré) pour que les électrodes soient immergées.
14. Doser la solution obtenue par de la soude à $c_4 = 0,10 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ en effectuant un suivi pH-métrique du titrage.

Exploitation : Utiliser le résultat du dosage pour déterminer le coefficient x dans la formule du complexe. Il pourra être pertinent d'écrire toutes les réactions qui peuvent se dérouler lors de l'ajout de soude, en choisissant un coefficient stœchiométrique égal à un pour l'ion hydroxyde, afin de comparer au mieux les constantes d'équilibre. L'acide chlorhydrique n'est pas limitant.

Titrage des ions sulfate suivi par conductimétrie

15. Peser dans un bécher de 150 mL une masse connue précisément d'environ 200 mg de sel de cuivre synthétisé.
16. Introduire 50 mL d'eau distillée et ajouter sous la hotte 1 mL d'ammoniaque concentré.
17. Effectuer un dosage conductimétrique par une solution de nitrate de baryum à la concentration $c_5 = 0,050 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.
18. Tracer l'évolution de la conductivité σ et de la conductivité corrigée σ_{corr} . (*compensation du facteur de dilution*) en fonction du volume versé V .

Exploitation : Utiliser le résultat du dosage pour vérifier le coefficient z .

Conclusion

Donner la formule complète du sel de cuivre synthétisé et calculer le rendement de la synthèse.