

Etude d'un ciment

But

On se propose de déterminer la quantité de manganèse contenue dans un ciment.

Principe

L'élément manganèse est parfois présent dans les ciments, le plus souvent au degré d'oxydation (+II), c'est-à-dire sous la forme d'ions Mn^{2+} (associés, par exemple à des ions oxyde, chlorure ou sulfure), mais aussi au degré (+IV) sous la forme d'oxyde MnO_2 .

Le dosage envisagé repose sur une idée assez simple : Prélever précisément un échantillon de ciment, procéder à l'oxydation totale du manganèse qu'il contient de manière à former des ions permanganate MnO_4^- (aq). L'intérêt de l'ion MnO_4^- (aq) est qu'il est coloré (rose). Des mesures spectrophotométriques semblent donc envisageables.

Nous envisageons la séance selon les étapes suivantes :

- 1) A partir du prélèvement et selon le protocole fourni, mettre en œuvre l'oxydation de tout le manganèse (+II) ou (+IV) de l'échantillon en manganèse (+VII) c'est-à-dire en ions MnO_4^- (aq).
- 2) Préparer 200,0 mL d'une solution limpide contenant tous les ions MnO_4^- (aq) précédemment obtenus. Cette solution sera nommée S.
- 3) A partir d'une solution mère de permanganate de potassium de concentration $c_0 = 2,0 \times 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$, réaliser des mesures spectrophotométriques de manière à tracer une droite d'étalonnage $A = f([MnO_4^-]_{(aq)})$ avec au moins 3 points expérimentaux.
- 4) A l'aide d'une mesure sur S et de la droite d'étalonnage, remonter au pourcentage massique en élément manganèse dans le ciment testé.

Pour les parties 1) et 2), un protocole expérimental adapté est proposé dans le document 1.

Pour les parties 3) et 4) la démarche et la mise en œuvre sont à l'initiative du candidat.

Manipulation

- *Les consignes de sécurité seront scrupuleusement respectées*
- *Il est fortement conseillé de s'organiser de manière à mener en parallèle les deux parties ainsi que la rédaction des explications et la mise en œuvre des calculs (1^{ère} partie : préparation de l'échantillon à partir du ciment ; 2^{ème} partie : préparations de solutions étalons, mesures spectrophotométriques).*

Document 1 : Protocole de préparation de l'échantillon à partir du ciment

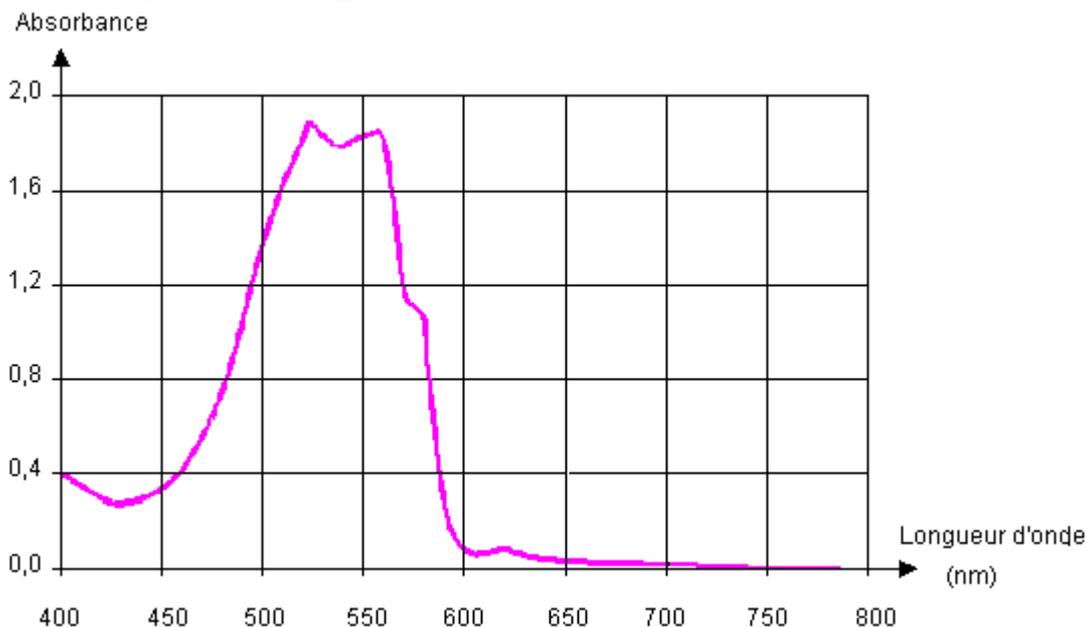
- Peser exactement environ une masse $m = 0,9$ g de ciment gris dans un sabot de pesée.
- L'introduire quantitativement dans un ballon bicol de 250 mL accompagnée d'eau distillée (maximum 50 mL) et d'une olive aimantée.
- Adapter un chauffe-ballon, un réfrigérant à reflux et une ampoule de coulée.
- Mesurer environ 25 mL d'acide nitrique concentré et les introduire dans l'ampoule de coulée.
- Agiter et chauffer modérément.
- Couler lentement l'acide nitrique dans le ballon puis chauffer à reflux pendant au moins 10 minutes.
- Arrêter le chauffage et laisser un peu refroidir le montage afin de pouvoir manipuler le ballon et démonter sans se brûler.
- Filtrer le contenu du ballon bicol sur papier filtre et entonnoir en recueillant le filtrat dans un ballon monocol propre de 250 mL.
- De l'eau distillée chaude est disponible dans le laboratoire (bouilloire), prélever environ 50 mL de cette eau.
- Laver le filtre avec cette eau chaude en plusieurs fois.

On devra, à l'issue de ces opérations sur filtre, pouvoir considérer que l'on a quantitativement récupéré le liquide initialement présent dans le ballon bicol.

- Ajouter 10 mL d'acide phosphorique concentré (H_3PO_4) au filtrat.
- Homogénéiser.
- Ajouter 1,7 g de periodate de potassium (KIO_4)
- Chauffer le contenu du ballon sécurisé au voisinage de l'ébullition sous agitation pendant 15 minutes à partir de l'apparition d'une coloration rose.
- Refroidir jusqu'à température ambiante.
- Transférer tout le contenu du ballon dans une fiole de 200 mL (Vf).
- Ajuster rigoureusement au trait de jauge à l'eau distillée, boucher la fiole et homogénéiser.

Soit S la solution obtenue.

Document 2 : spectre d'absorption de la lumière visible d'une solution de $MnO_4^{-(aq)}$ ($c = 0,5 \text{ mmol.L}^{-1}$)



Travail demandé :

Déterminer le pourcentage massique en manganèse dans le ciment étudié.

Tous les calculs, graphes, explications, etc. seront rendus afin de permettre au jury de valider votre travail.

Données

Masse molaire atomique du manganèse Mn : 54,9 g.mol⁻¹

Sécurité

Acide nitrique concentré	
Acide phosphorique concentré	
Periodate de potassium	

Explications, justification du protocole choisi pour la deuxième partie :

Calculs :

Résultat, pourcentage de manganèse dans le ciment gris testé :

