

Coefficient de partage du diiode

Rémy Liénard, Manon Barrière, Aurélien Ricard

Cyclohexane : mon diiode s'est enfin bien dissout!

Eau :



Figure 1: Partage du diiode

Voici un résumé de tous les tips que l'on a pu amasser sur le diiode. Le protocole sur lequel nous nous sommes appuyés est celui du Florilège, doublé des conseils avisés de AlHe et Cécile Dumas, que nous remercions.

1 Préparation de la solution mère

1.1 Pesée du solide

Le premier soucis est qu'il semblerait que le diiode se sublime (moins que ce compte rendu bien sûr), il faut donc être prudent : déjà, parce que les vapeurs violettes c'est pas ouf pour le corps, ensuite pour que la pesée soit précise. Voici une manière possible de procéder :

- Dans un Erlenmeyer muni d'un bouchon de 250mL, verser 70-80mL (éprouvette) de cyclohexane

- Le tarer
- Y mettre une masse $m_{I_2} \simeq 1g$ de diiode solide (en billes ça marche, en paillettes ça serait peut être mieux) à peser environ, exactement si vous ne voulez titrer qu'une des deux phases.

De cette façon, le diiode commence déjà à se dissoudre et surtout est séparé de l'air puisqu'il coule.

1.2 Dissolution

Mettre un barreau aimanté, agiter et chauffer, pendant bien 30 minutes. Nous avons commencé à demander 100°C puis baissé à 50 quand la plaque était assez chaude. On a laissé bouché (sans trop enfoncer le bouchon pour éviter qu'il saute, aucune idée de si ça peut arriver). La solution doit être violet foncée, presque "noire".

Verser le tout dans une fiole jaugée de 100mL, en rinçant bien au cyclo, et ainsi faire une solution de 100mL de solution de diiode dans le cyclohexane. Bien la conserver, elle sera utile. Boucher pour avoir des concentrations précises.

2 Partage et titrages

2.1 Partage

Dans un erlen, mettre un barreau aimanté, 20mL de la solution mère, 100mL d'eau distillée (à la pipette pour l'eau, c'est important), agiter pendant 15 minutes avec le bouchon. Verser quelques gouttes d'acide concentré (donc la base est inerte, on a utilisé de l'acide sulfurique). La phase aqueuse doit être bien jaune-orangée. Séparer les phases avec une ampoule à décanter, réserver.

2.2 Titration de la phase aqueuse

Titrer toute la phase aqueuse avec du thiosulfate de sodium à 10^{-2}mol/L , volume équivalent attendu autour de 12-13mL, en s'assurant que le pH est acide (sinon le diiode se dismut). Utiliser de l'empois d'amidon à l'équivalence de sorte à avoir une solution bleue-nuit.

2.3 Dosage par étalonnage de la phase organique

Faire une échelle de teintes à partir de la solution mère initiale, et faire une droite d'étalonnage d'absorption (longueur d'onde vers 520nm). Nous avons utilisé des solutions de 1/80 à 1/250.

Diluer par 100 la phase organique après partage, et mesurer son absorbance, en déduire la concentration.

On peut alors faire le rapport des concentrations (attention au facteur de dilution de la phase orga), et trouver un coefficient de partage d'environ 70. Les concentrations obtenues étaient trop grandes par rapport à ce que l'on s'attendait, on a sûrement eu de l'évaporation puisque les solutions ont été préparées vendredi 07/05 et traitées lundi 10/05. D'où l'intérêt de titrer les deux phases, la concentration dans le cyclohexane ayant changé par variation de volume, on a re mesuré la concentration, pour pouvoir faire le rapport. En plus, on s'affranchit des problèmes de sublimation du diiode.

3 Eléments théoriques

Prenons $m_{I_2} = 1g$, qui donne une concentration initiale pour 100mL de cyclohexane $c_0 = \frac{m_{I_2}}{M_{I_2}V} = \frac{1}{0.1 \times 254} = 3.94 \cdot 10^{-2} mol/L$. On en prend 20mL que l'on mélange à 100mL d'eau. A la fin, le coefficient de partage est $K = \frac{[I_2]_{org}}{[I_2]_{aq}}$.

3.1 Titrage de la phase aqueuse

Notons V_{aq} le volume initial de la phase aqueuse. La réaction support de titrage est $I_2(aq) + 2S_2O_3^{2-}(aq) \rightarrow 2I^-(aq) + S_4O_6^{2-}(aq)$. A l'équivalence, $n(I_2) = \frac{n(thio)}{2}$ donc $[I_2]_{aq} = \frac{c_{thio}V_{eq}}{2V_{aq}}$. Pour un volume équivalent de 12.9mL, on a donc $[I_2]_{aq} = \frac{10^{-5} \times 12.9}{0.2} = 6.45 \cdot 10^{-4} mol.L^{-1}$

3.2 Dosage par étalonnage

A la dilution près, il donne directement la concentration puisqu'on mesure l'absorbance. Je n'ai plus les droites, mais on a trouvé $[I_2]_{org} = 0.047 mol.L^{-1}$. Il est à noter que ça correspond à plus de 1g dans 100mL de cyclo, donc on a sûrement eu un problème dans le bordel. L'important est que dans ce cas, on mesure la concentration dans les deux phases pour faire un rapport, ça nous affranchit de ces soucis.

Avec ces valeurs, $K = \frac{0.047}{6.45 \cdot 10^{-4}} = 73$. La manip est à refaire en un jour (au moins pour s'assurer que c'est faisable en leçon), et vérifier les incertitudes. La valeur tabulée est 66 dans le florilège