

TP Analyse d'un réactif d'attaque métallographique : le réactif de Groesbeck

On se propose d'étudier la composition quantitative d'un réactif d'attaque métallographique connu sous le nom de réactif de Groesbeck qui permet de mettre en évidence la phase sigma et les carbures alliés de certains aciers.

Ce réactif est constitué par une solution aqueuse de permanganate de potassium KMnO_4 et de soude NaOH .

1. Dilution du réactif

Préparer 200 mL d'une solution obtenue en diluant 10 fois le réactif fourni.
Décrire avec précision le protocole expérimental suivi.

2. Dosage de la soude

La soude contenue dans la solution est dosée par pH-métrie à l'aide d'une solution d'acide sulfurique H_2SO_4 , considéré comme un diacide fort de concentration molaire $C_a = 0,050 \text{ mol.L}^{-1}$.



On calibre le pH-mètre avec une solution tampon de $\text{pH} = 7$.

Remplir la burette avec la solution d'acide sulfurique.

Placer dans le bêcher un volume $V = 10,0 \text{ mL}$ de la solution du réactif et auquel on ajoute 50 mL d'eau afin de permettre une bonne immersion des électrodes.



Tracer la courbe $\text{pH} = f(V)$

Ecrire l'équation-bilan équilibrée de la réaction entre l'acide sulfurique et la soude. En déduire la relation au point d'équivalence. En déduire la concentration C_1 de la soude dans la solution.

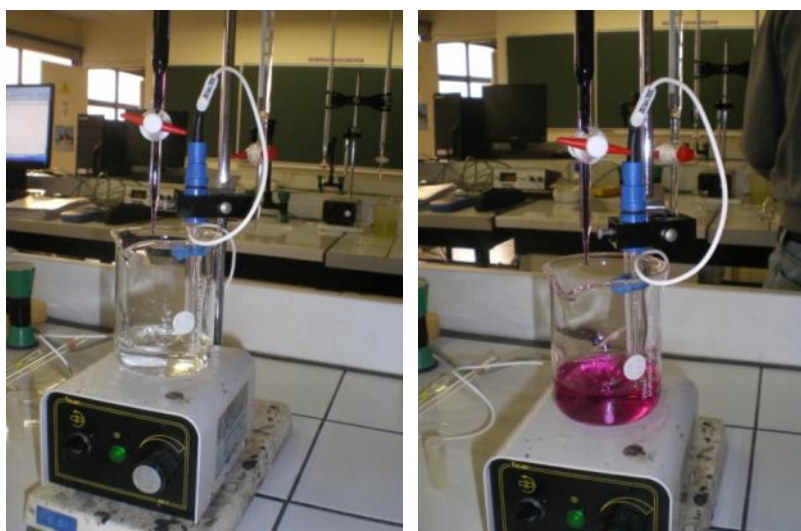
3. Dosage du permanganate de potassium

On procède à un dosage potentiométrique des ions permanganate MnO_4^- de la solution par les ions Fe^{2+} d'une solution de sel de Mohr $[\text{FeSO}_4, (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4, 6 \text{ H}_2\text{O}]$ que l'on préparera.

- Peser avec précision, une masse voisine 0,5 g de sel de Mohr sur une balance de précision. Dissoudre la masse pesée dans un bêcher de 150 mL contenant environ 50 mL d'acide sulfurique de concentration 0,50 mol.L⁻¹.
- Placer la solution du réactif dans la burette. On suivra l'évolution de la réaction par un dosage potentiométrique. Les électrodes plongent donc dans le sel de Mohr.



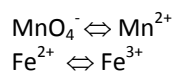
Tracer la courbe $U = f(V)$. En déduire le volume à l'équivalence.



4. Interprétation des résultats

Connaissant la masse molaire indiquée sur le flacon ainsi que le taux de pureté du sel en déduire la quantité n en mol de sel de Mohr et donc celle d'ions fer (II) contenue dans le bêcher.

Equilibrer les demi-équations suivantes puis en déduire l'équation de la réaction considérée comme totale entre les ions permanganate apportés par la solution (S) et les ions fer (II) apportés par le sel de Mohr.



En déduire la relation au point d'équivalence entre n , C_2 concentration molaire des ions permanganate dans (S) et V_{se} le volume de solution versé pour atteindre l'équivalence.

Déterminer enfin C_2 . Arrondir le résultat.

Conclusion :

Déterminer les masses de KMnO_4 et de NaOH dans 100 mL du réactif de Groesbeck avant dilution.

Les masses molaires atomiques nécessaires sont disponibles dans le laboratoire.

On indique que le réactif de Groesbeck a pour composition une masse de 46 g de NaOH et de 40 g de KMnO_4 par litre de solution.