

Messes : panier = 30,5323g  
panier + cuivre = 30,5956g  
panier + Cu + Sn = 30,5585g

## Electrogravimétrie

### But du TP

Ce TP consiste à doser le cuivre et l'étain présent dans une solution inconnue par la méthode électrogravimétrique.

### Principe du TP

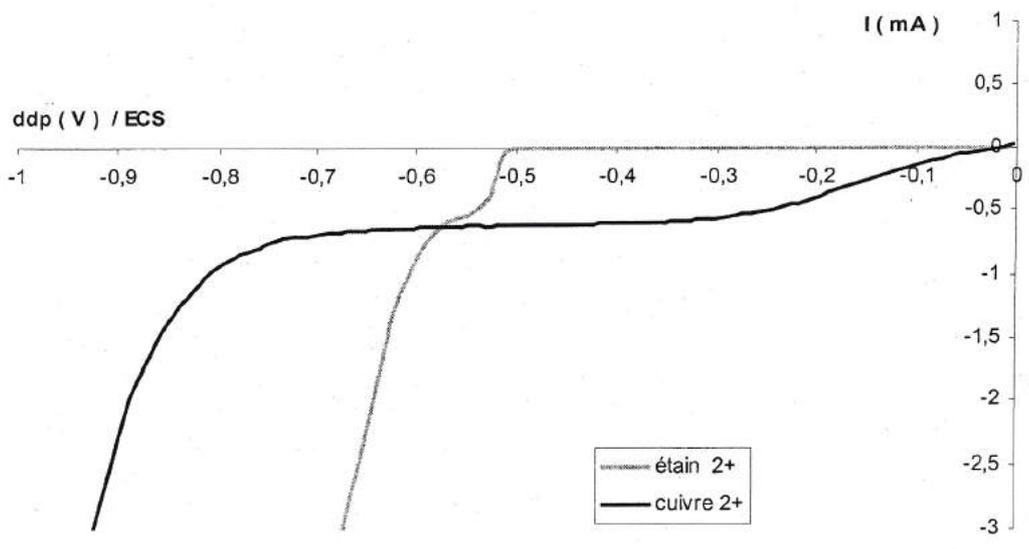
Par électrolyse, le cuivre est déposé sélectivement sur un panier en platine taré qui sert de cathode. Après dépôt complet du cuivre, lavage et séchage, la panier en platine est pesé. La différence indique la masse de cuivre qui s'est déposé ce qui permet de remonter à la concentration molaire en  $\text{Cu}^{2+}$  de la solution.

Pour le dosage de l'étain, la procédure est la même.

Electrolyse à potentiel contrôlé :

Au départ, les deux ions métalliques  $\text{Cu}^{2+}$  et  $\text{Sn}^{2+}$  sont présents dans la solution. Pour déposer sélectivement le cuivre, il faut choisir un potentiel pour lequel l'ion  $\text{Cu}^{2+}$  est réduit mais l'ion  $\text{Sn}^{2+}$  ne l'est pas. Après le dépôt complet du cuivre, l'ion  $\text{Sn}^{2+}$  reste le seul ion métallique dans la solution. On choisit alors le potentiel pour réduire l'ion  $\text{Sn}^{2+}$  en évitant le dégagement de dihydrogène sur la cathode ce qui nuirait au dépôt métallique.

Le choix des potentiels se fait en examinant les courbes intensité-potentiel des couples  $\text{Cu}^{2+} / \text{Cu}$  et  $\text{Sn}^{2+} / \text{Sn}$  sur platine :



Si on porte la cathode à un potentiel de  $-0,3 \text{ V}$  par rapport à l'électrode au calomel saturé, seul l'ion  $\text{Cu}^{2+}$  est réduit : on peut donc déposer sélectivement le cuivre sur le panier en platine.

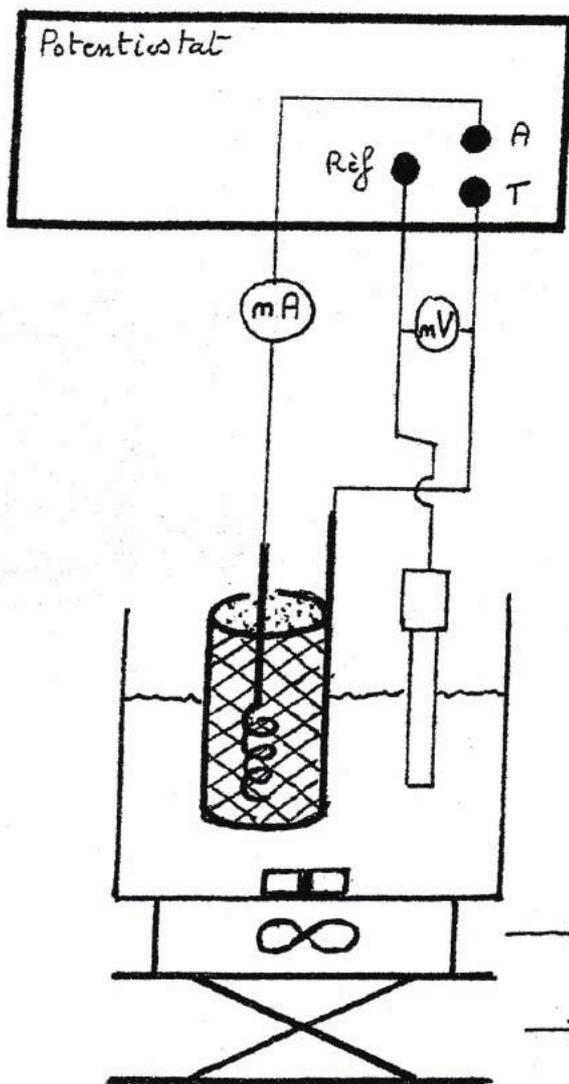
Après épuisement de la solution à titrer en ion  $\text{Cu}^{2+}$ , il faut porter la cathode à un potentiel de  $-0,6 \text{ V}$  pour déposer l'étain.

En contrôlant le potentiel de l'électrode de travail lors de l'électrolyse, il est donc possible de doser le cuivre et l'étain séparément.

## Dépôt de cuivre

- Electrode de travail : panier en platine
- Electrode auxiliaire : spirale en platine
- Electrode de référence : calomel

### Mise en oeuvre expérimentale



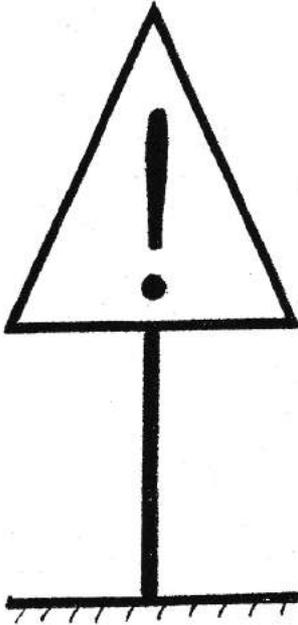
A: électrode auxiliaire  
T: électrode de travail  
Ref: électrode de référence

→ agitateur magnétique

→ support éleveur

le panier en platine est immergé aux  $\frac{2}{3}$  dans la solution à électrolyser.

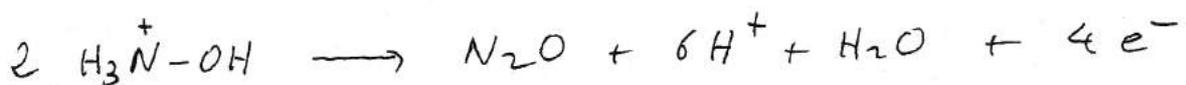
## ATTENTION



- Prix du panier en platine : > 5000 €
- Prix de l'anode de platine en spirale : > 1000 €
- Interdiction ABSOLUE de toucher la toile de platine du panier avec les doigts (la graine déposée nuit à l'adhérence du dépôt).
- le potentiostat n'est pas protégé contre les courts-circuits  
⇒ Interdiction ABSOLUE de faire un court-circuit entre l'électrode de travail et l'électrode auxiliaire.

Dans le bécher on place :

- 25 ml de  $\text{Cu SO}_4$  0,04 M
- 25 ml de  $\text{Sn Cl}_2$  0,004 M
- 10 ml de  $\text{HNO}_3$  concentré qu'on a fait bouillir (pour enlever les oxydes d'azote qui restent)
- 5 g de chlorure d'hydroxyl ammonium  $\text{H}_3\text{N}^+-\text{OH}$ ,  $\text{Cl}^-$  : son rôle est d'empêcher l'oxydation des ions chlorure à l'anode :



On plonge le panier en platine aux  $2/3$  dans la solution et on dépose le cuivre jusqu'à épuisement de la solution (potentiel du panier / ECS :  $-0,3V$ ,  $3/4$  d'heure d'électrolyse) -

Pour savoir si tout le cuivre s'est déposé, on relève le bécquet de  $1\text{ cm}$  avec le support élévateur : on observe alors la toile de platine nouvellement immergée ; si aucun dépôt n'a lieu, tout le cuivre de la solution à doser a été déposé ; si un dépôt a lieu, on continue d'électrolyser pendant  $10$  minutes et on relève le bécquet de  $1\text{ cm}$  à nouveau : même procédure.

Quand tout le cuivre est déposé, on descend le bécquet à l'aide du support élévateur jusqu'à ce que le panier en platine soit sorti de la solution : on arrête alors le potentiostat -

On rince le panier en platine avec de l'eau distillée en laissant retomber l'eau de rinçage dans le bécquet ou il y a la solution à doser -

On rince ensuite le panier avec de l'éthanol, puis avec de l'acétone ; le panier est séché avec un courant d'air chaud et pesé -

Pour l'étain même procédure : l'étain est déposé sur la partie cuivrée du panier (potentiel du panier / ECS :  $-0,6\text{ V}$ ).

Nettoyage du panier : acide nitrique concentré, bueblent  
→ dégagement  $\text{NO}$ , puis oxyde  
en  $\text{NO}_2$  (rouge)

lavage eau (récup la solution !)

puis ethanol

puis acetone

→ séchage.