



Dosage du manganèse dans un acier

On se propose d'évaluer la teneur en manganèse de l'acier d'un rail du tramway de Strasbourg.

1) Principe

Après la mise en solution par un milieu acide convenable, les ions manganeux sont oxydés en permanganate par action de l'ion peroxodisulfate (PDSA), dont l'excès est détruit par ébullition. On dose ensuite par le sel de Mohr jusqu'à décoloration de la solution.

Écrire les deux équations bilans correspondantes et en déduire les relations entre les quantités de matière de manganèse contenue dans la prise d'essai d'acier et celle de sel de Mohr versée à l'équivalence.

Remarque : le sel de Mohr est un sulfate double de fer et d'ammonium ; chercher sa formule exacte dans un catalogue de produits chimiques.

2) Mode opératoire

Peser environ exactement 1 g d'acier. L'introduire dans un erlen de 250 mL et ajouter sous la hotte 30 mL du mélange d'acides ($\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_3\text{PO}_4 + \text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}$: 100/125/250/525). Le mélange est fourni. Chauffer, toujours sous la hotte, jusqu'à disparition des vapeurs rousses.

Ajouter alors 100 mL d'eau froide. Filtrer le graphite si nécessaire. Ajouter alors 5 mL de nitrate d'argent à 0,1 M et environ 3 g de peroxodisulfate d'ammonium. Amener rapidement à ébullition et laisser bouillir environ 30 s. Refroidir, ajouter 75 mL d'eau et titrer tout le contenu de l'erlen par Fe^{2+} M/20 dont on aura préparé 100 mL (penser à acidifier ; la solution doit être environ à pH=1 et on dispose d'acide 4 M) pendant le refroidissement ; le restant de la solution sera récupéré dans le flacon prévu à cet effet.

Faire 3 essais concordants.

3) Résultats

⇒ Quel est l'élément majeur d'un acier ? L'élément mineur toujours présent ? Que deviennent ces éléments lors de la mise en solution ? L'acier du rail contient également du silicium. Que devient ce dernier ?

⇒ Pourquoi porte-t-on à ébullition après la mise en solution de l'échantillon ? Quelle est l'origine des vapeurs rousses ?

⇒ Le rôle de l'acide phosphorique est double. Les expériences suivantes, à réaliser en tube à essai, tenteront de l'élucider ainsi que celui de Ag^+ .

Test n°1 : $\text{Fe}^{3+} + \text{H}_3\text{PO}_4$

Test n°2 : $\text{Mn}^{2+} + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{Ag}^+ + \text{PDSA}$, chauffer

Test n°3 : $\text{Mn}^{2+} + \text{H}_3\text{PO}_4 + \text{Ag}^+ + \text{PDSA}$, chauffer

Test n°4 : $\text{Mn}^{2+} + \text{H}_3\text{PO}_4 + \text{PDSA}$, chauffer

⇒ Pourquoi porte-t-on à ébullition après ajout du PDSA ? Pourquoi pas trop longtemps ? Pourquoi refroidit-on ensuite ?

⇒ Quelle masse de sel de Mohr avez-vous pesée ? Pourquoi faut-il acidifier la solution ?

⇒ Calculer la teneur en manganèse de l'alliage (en % de masse).

⇒ Vérifier que le peroxodisulfate est bien en excès.

⇒ Écrire la formule de Lewis de l'ion peroxodisulfate et de l'ion permanganate.

⇒ Écrire les réactions de destruction de l'acide nitrique et de l'acide peroxodisulfurique.

⇒ La détection du point d'équivalence n'est pas très précise. Pourquoi ? Comment l'améliorer ?

⇒ Écrire les réactions mises en jeu : action de l'acide nitrique sur le fer et le manganèse, action du PDSA sur les ions manganeux, réaction mise en jeu lors du dosage du permanganate.