

Exercice 1 :

Parmi les nombreux dérivés commerciaux utilisés en complexométrie de l'acide éthylènediamine tétraacétique (EDTA) on trouve le sel mixte de Zn/Na contenant 1 atome de zinc et 2 atomes de sodium par molécule d'EDTA. Ce sel mixte se présente sous forme d'un hydrate cristallisé. On veut déterminer le nombre de molécules d'eau de cet hydrate en dosant le zinc par absorption atomique.

La solution échantillon est préparée en dissolvant 35,7 mg de cet hydrate dans 100 ml d'eau. On prélève 2 ml de cette solution que l'on complète à 100 ml avec de l'eau.

L'étalonnage est réalisé à partir de 5 solutions étalons de zinc (mg/l).

Solution	Concentration (mg/l)	Absorbance
Blanc	0,0	0,0006
Standard 1	0,50	0,2094
Standard 2	0,75	0,2961
Standard 3	1,00	0,3674
Standard 4	1,25	0,4333
Standard 5	1,50	0,4817
Echantillon	C ?	0,3692

- L'appareil propose une courbe d'étalonnage telle que $C = 0,99$ mg/l pour une absorbance de 0,3692. Calculer le nombre de molécules d'eau du sel Zn/Na.
- En utilisant la méthode de régression linéaire pour trouver l'équation de la droite d'étalonnage, quelle valeur de la concentration C (mg/l) trouve-t-on ?

Données : H=1,01 ; C=12,01 ; N=14,01 ; O=16,00 ; Na=22,99 ; Zn=65,39 g/mol.

EDTA: $C_{10}H_{16}N_2O_8$;

Sel mixte : $C_{10}H_{12}N_2O_8Na_2Zn$

Exercice 2 :

On veut doser le Zn contenu dans un échantillon d'émail des dents, par absorption atomique en utilisant la méthode des ajouts dosés.

Pour cela, à 2g de cet échantillon, séché au préalable, on ajoute 20 ml d'acide chlorhydrique concentré. On chauffe ensuite le mélange à 80°C jusqu'à obtenir un résidu légèrement humide. On

reprend le résidu dans une fiole jaugée de 10 ml et on complète au trait de jauge avec de l'eau. On obtient la solution A.

Parallèlement, on prépare 1 litre d'une solution B à 10 ppm en Zinc à partir de ZnCl_2 solide.

On réalise ensuite les solutions suivantes dans des fioles de 50 ml :

N° fiole	0	1	2	3	4	5	6
Volume Solution A (ml)	10	10	10	10	10	10	10
Volume Solution B (ml)	0	1	2	3	4	5	6
	qsp 50 ml	qsp 50 ml	qsp 50 ml	qsp 50 ml	qsp 50 ml	qsp 50 ml	qsp 50 ml

qsp= quantité suffisante pour

Chaque solution est passée au spectromètre d'absorption atomique de flamme en utilisant une flamme acétylène-oxygène. Les résultats obtenus sont regroupés dans le Tableau ci-dessous :

Volume solution B (ml)	$C_b V_b / V$ (ppm)	Absorbance
0	0	0,156
1	0,2	0,249
2	0,4	0,357
3	0,6	0,449
4	0,8	0,560
5	1	0,640
6	1,2	0,758

- 1) Décrire brièvement le principe de la méthode de dosage par absorption atomique de flamme
- 2) Quelle source d'excitation doit-on utiliser pour ce dosage ? Expliquer brièvement le principe de fonctionnement
- 3) Pourquoi l'ajout de l'acide chlorhydrique concentré
- 4) En précisant les quantités nécessaires, dire comment est préparée la solution B ?
- 5) A l'aide des valeurs du Tableau ci-dessus, tracer la courbe Absorbance = $f(C_b V_b / V)$, où C_b est la concentration de la solution B, V_b est le volume de la solution B ajoutée et V est le volume total de la fiole.
- 6) Calculer la concentration en Zinc dans la solution A. En déduire la teneur en Zn dans l'émail des dents en $\mu\text{g/g}$.

Données : Masse molaire : $\text{Zn} = 65,39 \text{ g.mol}^{-1}$; $\text{Cl} = 35,5 \text{ g.mol}^{-1}$

Corrigé

Exercice 1 :

a) Nombre de molécules d'eau du sel par dosage de Zn ?

Sel mixte : Zn /Na à 1 atome Zn et 2 atomes Na/molécule EDTA

35,7 mg \longrightarrow 100 ml H₂O ; on prélève 2ml \longrightarrow 100 ml H₂O

EDTA: C₁₀H₁₆N₂O₈;

A l'état anhydre le sel mixte C₁₀H₁₂N₂O₈Na₂Zn a pour masse **M = 399,6 g**

Concentration massique de la solution mère : C_c = 357 mg/l

Concentration massique de la solution diluée : C_d = 7,14 mg/l

Cette solution correspond à 0,99 mg/l en Zn ; 0,99 mg/l \longrightarrow 65,39 g Zn

7,14 mg/l \longrightarrow **M' = 471,6 g** = masse du

sel sous forme hydrate

M' - M = 72 g, 72/18 = **4** donc il s'agit d'un hydrate à 4 molécules d'eau (C₁₀H₁₂N₂O₈Na₂Zn, 4H₂O)

b) On trace la droite de régression linéaire A = f(C), on trouve l'équation de la droite d'étalonnage; y = 0,3209 [Conc] + 0,0307 (avec R² = 0,98) \Rightarrow **Cx = 1,15 mg/l**

Exercice 2 : Dosage du Zn dans un échantillon d'émail de dents

2 g émail \longrightarrow 2ml HCl, le séchage donne un résidu V= 10 ml (solt A)

Solt. B [Zn] = 10 ppm (ZnCl₂); V = 1litre

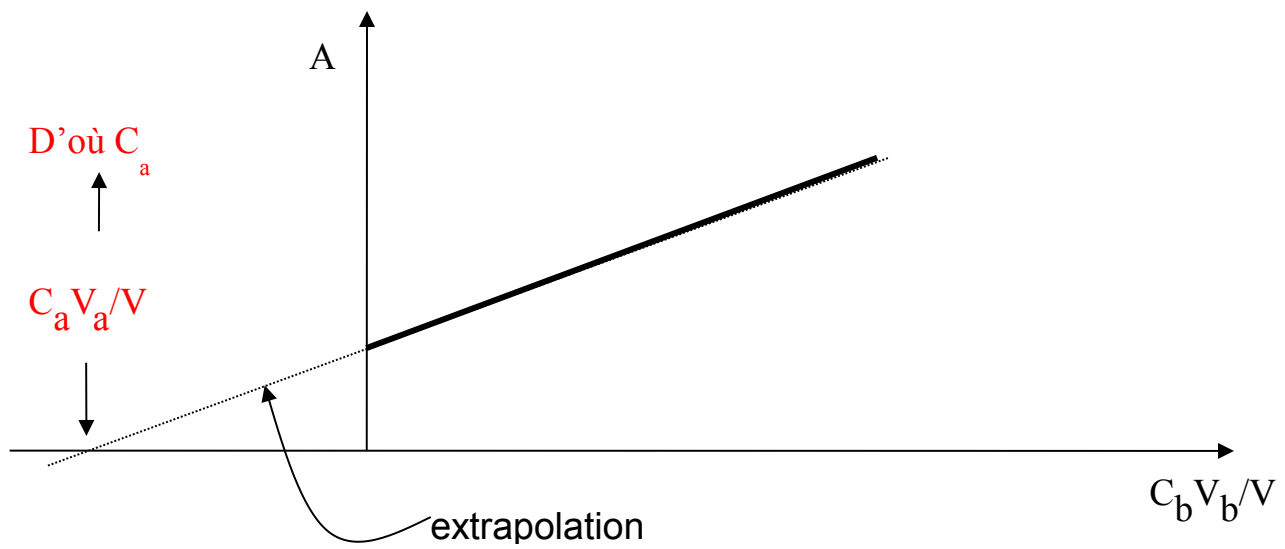
1) , 2) et 3) : Voir cours

4) [Zn] = 10 ppm = 10 mg/l

[Zn] = 10.10⁻³/65,39 = **0,153.10⁻³** mole/l

m_{ZnCl₂} = C.M.V = 20,7 mg (M_{ZnCl₂} = 153,39 g) donc il faut prendre **20,7 mg** de ZnCl₂, les dissoudre dans un volume d'eau distillée dans une fiole jaugée de 1 litre et compéter au trait de jauge avec de l'eau distillée.

5) On trace l'Absorbance = f(C_bV_b/V), on obtient une courbe de type (voir cours):



Equation de la droite : $y = 0,498 + 0,153$ et $R^2 = 0,998$

L'intersection de la droite avec l'axe des abscisses donne $C_a V_a / V = 0,310$ d'où $C_a^{Zn} = 1,55 \text{ ppm} = [\text{Zn}]$ de la solution A

Dans l'émail de dents **la teneur en Zn** est : $10 \cdot 10^{-3} \cdot 1,55 \cdot 10^3 / 2 = 7,7 \text{ } \mu\text{g/g}$