

BREVET DE TECHNICIEN SUPERIEUR

INDUSTRIES CERAMIQUES

SESSION 2007

E4 – Physique, Chimie, Céramurgie

U42 – Travaux pratiques de caractérisation de matériaux : Partie A

Durée : 1 heure 30

Coefficient : 1

SUJET 2

La porcelaine de coulage référencée PC 864 est livrée sous forme de granulés.

Cette présentation a pour avantage de simplifier la préparation de la barbotine, les défloculants étant introduits dans la composition lors de l'atomisation.

La préparation de la barbotine devrait se limiter à un mélange de granulés et d'eau dans des proportions données par le fournisseur.

Il n'en est pas ainsi en pratique, les caractéristiques de l'eau (teneur en ions SO_4^{2-} , teneur en ions Ca^{2+}) ayant une grande influence sur les propriétés rhéologiques de la barbotine.

Aussi, la formule de coulage de la barbotine doit être adaptée à la nature de l'eau.

Pour mettre en évidence ce phénomène, on **vous demande de** :

I – TRAVAIL PRATIQUE

I-1Partie A : contrôler les caractéristiques rhéologiques de deux barbotines préparées avec deux eaux, les proportions des constituants étant identiques pour les deux barbotines.

- I -1-a Etablir la liste des différents essais à réaliser
- I -1-b Ecrire la procédure des différents essais
- I -1-c Mettre en œuvre les procédures
- I -1-d Collecter les résultats

I-2 Partie B: contrôler la dureté des deux eaux.

II – ANALYSER LES RÉSULTATS

III – CONCLURE

IV – RENDRE COMPTE

BREVET DE TECHNICIEN SUPÉRIEUR
INDUSTRIES CÉRAMIQUES

Session 2007

E4 – Physique, Chimie, Céramurgie

**U42 – Travaux pratiques de caractérisation des
matériaux**

Partie B

Durée : 1 heure 30

Coefficient : 1

SUJET N° 1

IQE4TP

BREVET DE TECHNICIEN SUPERIEUR

INDUSTRIES CERAMIQUES

SESSION 2007

E4 – Physique, Chimie, Céramurgie

U42 – Travaux pratiques de caractérisation de matériaux : Partie B

Durée : 1 heure 30

Coefficient : 1

SUJET 1 : DURETE TOTALE ET CARBONATEE D'UNE EAU

A. Objectifs

On se propose de déterminer la dureté totale ainsi que la dureté carbonatée de deux eaux A et B en vue de son utilisation dans l'élaboration d'une barbotine. Le temps imparti ne permettant pas de faire le dosage pratique des deux, seule l'eau A sera dosée. Pour l'eau B, les résultats seront donnés. Le dosage de la dureté totale s'effectuera avec l'EDTA en présence d'un indicateur coloré : le NET. Quant à la dureté carbonatée due à l'hydrogénocarbonate de calcium ($\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$) et à l'hydrogénocarbonate de magnésium ($\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$) dissous dans l'eau, on effectuera un dosage pH-métrique des ions hydrogénocarbonate HCO_3^- .

B. Protocole expérimental

On rappelle que $1^\circ\text{TH} = 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$ d'ions Ca^{2+} et Mg^{2+} .

1. Dureté carbonatée

Effectuer un dosage pH-métrique des ions hydrogénocarbonates HCO_3^- contenus dans 20 mL d'eau A par l'acide chlorhydrique à $1,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$.

Afin d'obtenir cette solution titrante, il sera nécessaire de procéder à une dilution à partir de la solution mère d'acide chlorhydrique de concentration molaire égale à $5,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$.

Appeler un membre du jury lorsque vous effectuerez votre dilution. (Appel n°1)

Relever le pH en fonction du volume d'acide chlorhydrique versé.

Appeler un membre du jury pour le relevé d'un point de mesure. (Appel n°2)

Tracer $\text{pH} = f(V_{\text{HCl}})$ sur Regressi puis déterminer le volume équivalent V_2 par la méthode des dérivées.

2. Dureté totale

La solution titrante est une solution d'EDTA de concentration molaire égale à $1,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$
Verser dans un bécher 20 mL d'eau A, 10 mL de solution tampon à pH=10 ainsi que quelques grains de NET afin d'obtenir une coloration rosée de la solution.

Appeler un membre du jury avant de commencer le dosage. (Appel n°3)

Effectuer le dosage complexométrique avec l'EDTA.

- Repérer le volume équivalent V_1 lorsque l'indicateur coloré vire au bleu.

C. Exploitations des résultats et questions

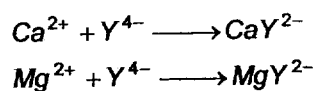
Répondre aux questions dans les cases prévues dans la feuille réponse.

1. Dureté carbonatée

1. Ecrire l'équation-bilan du dosage
2. Calculer la concentration molaire volumique, C , en ions hydrogénocarbonate de l'eau étudiée.
3. Calculer son titre massique, t , en g.L^{-1} .
4. Déterminer, d'après le graphique, la valeur du pK_A du couple $\text{H}_2\text{CO}_3 / \text{HCO}_3^-$.

2. Dureté totale

L'équation bilan du dosage est :



1. Déterminer la relation existant entre la concentration des ions Ca^{2+} et Mg^{2+} avec Y^{4-} à l'équivalence.
2. Déterminer la concentration volumique des ions Ca^{2+} et Mg^{2+} dans cette eau.
3. En déduire la dureté totale de l'eau en degré TH.
4. Le volume équivalent trouvé lors du dosage de l'eau B est de $V_{\text{eq}}=0,0 \text{ mL}$. Que vous inspire ce résultat ?

Masses molaires atomique en g.mol^{-1} : H :1, C :12, O :16

A la fin du TP, veuillez rendre l'énoncé, la feuille réponse ainsi que la courbe de dosage pH-métrique.

NOM :
PRENOM :

N° candidat :

BREVET DE TECHNICIEN SUPERIEUR
INDUSTRIES CERAMIQUES

SESSION 2007

E4 – Physique, Chimie, Céramurgie

U42 – Travaux pratiques de caractérisation de matériaux : Partie B

Durée : 1 heure 30

Coefficient : 1

FEUILLE REPONSE : DURETE TOTALE ET CARBONATEE D'UNE EAU

Dureté carbonatée

Equation bilan du dosage

Calcul de la concentration molaire volumique C en ions hydrogénocarbonates HCO_3^- .

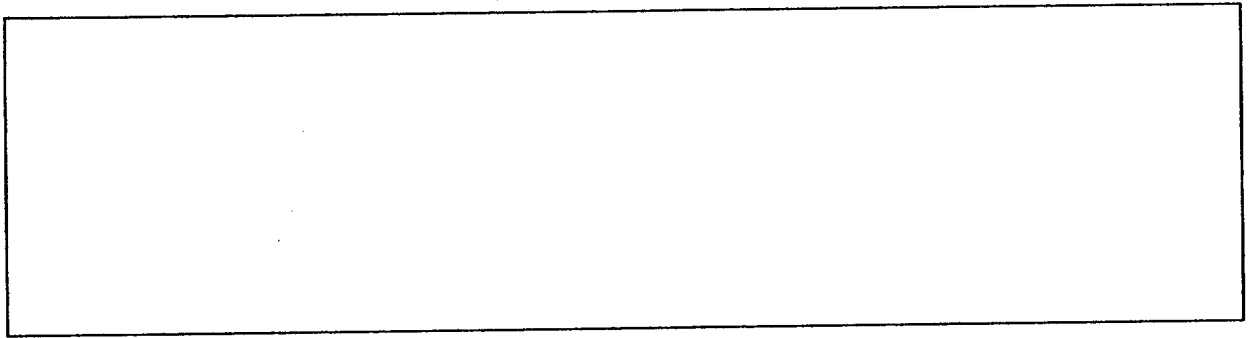
Calcul du titre massique t en g.L^{-1}

Détermination graphique du pKa du couple $\text{H}_2\text{CO}_3/\text{HCO}_3^-$.

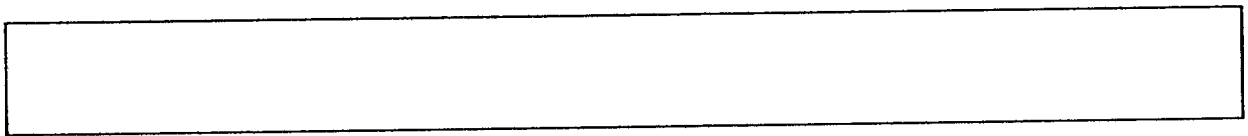
Dureté totale

Relation existant entre la concentration des ions Ca^{2+} et Mg^{2+} avec l'ion Y^+ à l'équivalence

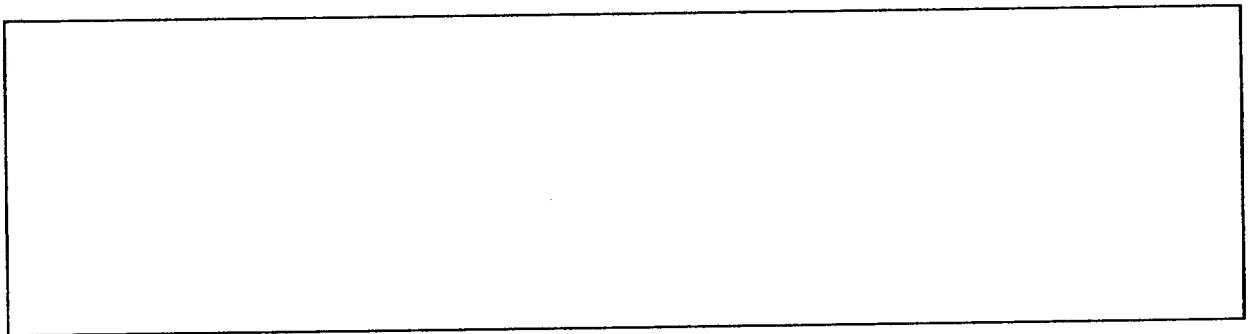
Détermination de la concentration volumique des ions Ca^{2+} et Mg^{2+}



Dureté totale de l'eau



Analyse du résultat pour l'eau B



BREVET DE TECHNICIEN SUPÉRIEUR
INDUSTRIES CÉRAMIQUES

Session 2007

E4 – Physique, Chimie, Céramurgie

**U42 – Travaux pratiques de caractérisation des
matériaux**

Partie B

Durée : 1 heure 30

Coefficient : 1

SUJET N° 2

IQE4TP

BREVET DE TECHNICIEN SUPERIEUR

INDUSTRIES CERAMIQUES

SESSION 2007

E4 – Physique, Chimie, Céramurgie

U42 – Travaux pratiques de caractérisation de matériaux : Partie B

Durée : 1 heure 30

Coefficient : 1

SUJET 2 : DOSAGE CONDUCTIMETRIQUE DES IONS SULFATE

A. Objectifs

Une fiche technique de porcelaine de coulage indique que l'eau utilisée doit être peu chargée en ions sulfate. Afin de déterminer la teneur en ions sulfate SO_4^{2-} de deux eaux A et B, on effectuera un dosage conductimétrique de ces ions en présence d'une solution titrante de chlorure de baryum ($\text{Ba}^{2+} + 2 \text{Cl}^-$) à $4,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. Ces eaux seront ensuite utilisées pour élaborer une barbotine. Le temps imparti ne permettant pas de faire le dosage pratique des deux, seule l'eau A sera dosée. Pour l'eau B, les résultats seront donnés. Le conductimètre utilisé a été préalablement étalonné.

B. Protocole expérimental

Avant de réaliser le dosage, il est nécessaire de réaliser la solution titrante à une concentration de $4,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ à partir d'une solution mère de chlorure de baryum à la concentration de $0,20 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.

Avant de réaliser la dilution, appeler un membre du jury : Appel n°1

Verser dans un bécher un volume de 100 mL d'eau A et y ajouter précisément 50 mL d'eau distillée. Remplir la burette de votre solution titrante de chlorure de baryum à $4,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. Plonger l'électrode du conductimètre et mettre en route l'agitation.

Avant de débiter les mesures, appeler un membre du jury: Appel n°2

Relever la conductance G_{lue} de la solution en fonction du volume V de solution titrante versée. Entrer sous Regressi les grandeurs G_{lue} et le volume versé V . Afin de tenir compte de la dilution, calculer à l'aide de Regressi, la conductance $G_{\text{réelle}}$ à l'aide de la relation suivante :

$$G_{\text{réelle}} = G_{\text{lue}} \cdot \frac{V + V_{\text{départ}}}{V_{\text{départ}}}$$

$V_{\text{départ}}$: représente le volume du milieu réactionnel avant le début du dosage.

IQE4TP

Tracer sur Regressi la courbe $G_{réelle}=f(V)$

La courbe précédente présente deux portions linéaires. Identifier ces deux portions puis utiliser la modélisation sous Regressi. Pour cela, vous entrez deux fonctions affines pour chacune des deux portions identifiées.

Faites vérifier votre courbe en appelant un membre du jury: Appel n°3

C. Exploitations des résultats et questions

Répondre aux questions dans les cases prévues dans la feuille réponse.

1. Ecrire l'équation-bilan du dosage
2. Quels sont les ions qui disparaissent progressivement et quels sont ceux qui les remplacent au cours du dosage ?
3. Pourquoi observe-t-on une forte pente positive, sur la courbe, après l'équivalence ?
4. Déduire du graphe $G_{réelle}=f(V)$, les coordonnées du point d'équivalence correspondant au point d'intersection des deux segments de droite.
5. Déterminer la concentration molaire des ions sulfate.
6. En déduire le titre massique des ions sulfate.
7. Quelle masse de chlorure de baryum a-t-il fallu peser pour préparer 500 mL de solution mère ?
8. Le dosage conductimétrique de l'eau B indique un volume équivalent de 0,0 mL. Que peut-on dire de ce type d'eau ?
9. On trouve dans une table $pK_s(\text{BaSO}_4)=9,7$. En déduire le produit de solubilité K_s et donner son expression en fonction de la concentration des ions baryum et sulfate.
10. Déterminer la solubilité des ions sulfate. (On néglige la basicité des ions sulfate)

A la fin du TP, veuillez rendre l'énoncé, la feuille réponse et la courbe conductimétrique.

Données : Conductivité molaires des ions à 25°C (en $\text{S.cm}^2.\text{mol}^{-1}$)

Ion	Na^+	SO_4^{2-}	Ba^{2+}	Cl^-	H_3O^+	HO^-
λ ($\text{S.cm}^2.\text{mol}^{-1}$)	50	160	127	76	350	200

Masses molaires atomiques en g.mol^{-1} :

Ba : 137,3 ; Cl : 35,5 ; S : 32,1 ; O : 16

Numéro atomique : S : 16 ; O : 8

NOM :

N° candidat :

PRENOM :

**BREVET DE TECHNICIEN SUPERIEUR
INDUSTRIES CERAMIQUES**

SESSION 2007

E4 – Physique, Chimie, Céramurgie

U42 – Travaux pratiques de caractérisation de matériaux : Partie B

Durée : 1 heure 30

Coefficient : 1

FEUILLE REPONSE : Dosage des ions sulfates

Equation-bilan du dosage

Les ions qui disparaissent progressivement au cours du dosage sont :

Les ions qui remplacent ceux qui disparaissent sont :

Pourquoi observe-t-on une forte pente positive, sur la courbe, après l'équivalence ?

Coordonnées du point d'équivalence

Concentration molaire des ions sulfates

Titre massique des ions sulfates

Masse de chlorure de baryum nécessaire à la préparation de 500 mL de solution mère

Commentaire sur le type de l'eau B ?

Valeur du produit de solubilité ainsi que son expression en fonction des concentrations

Solubilité des ions sulfates