**TP Dosage du calcium**

**Le rapport d’autopsie révélant un excès de calcium dans le sang de**

**M. Boidest, et la déposition de son médecin traitant confirmant que le calcium pourrait entrer en interaction avec son traitement sous Cédilanide,**

**on se propose de déterminer la source de cet « empoisonnement » au calcium.**

**D’après vous, quelles sont les sources possibles de cet empoisonnement d’après ce qui a été retrouvé sur la scène de crime ?**

**Principe du dosage :**

**La concentration des ions calcium dans une solution peut être déterminée par titrage (dosage). Au départ on mesure exactement un volume de la solution à analyser qui contient les ions calcium Ca2+. Ce volume est appelé prise d’essai. Elle est placée dans un erlenmeyer dans lequel on ajoute une solution tampon (qui stabilise le pH) et un indicateur coloré, le NET. On verse alors progressivement dans la prise d’essai une solution d’EDTA (l’éthylène diammine tetraacétique) à l’aide d’une burette graduée jusqu’au virage (changement de couleur) de l’indicateur du violet-rose au bleu. On note alors VE le volume de solution d’EDTA versée.**

**Avec les réactifs choisis, il suffit de multiplier le volume versé exprimé en mL par 80 pour obtenir la concentration en mg/L :**

**Taux Ca2+ = 80 · VE (exemple si VE = 5 mL alors Taux Ca2+ = 400 mg/L )**

 Attention l’EDTA est un poison

**Matériel utilisé :**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |
|  |  |
|  |

**burette graduée erlenmeyer fiole jaugée agitateur magnétique**

**pipette jaugée**

**Expériences préliminaires:**

 **Dans 3 tubes à essais, introduire 2 mL de solution tampon pH = 10. Ajouter 2 gouttes de NET et noter la couleur.**

 **Garder le premier tube comme témoin.**

 **Dans les tubes 2 et 3, ajouter 3 gouttes de chlorure de calcium en solution, noter la couleur.**

 **Garder le deuxième tube comme témoin.**

 **Dans le tube 3, verser ensuite goutte à goutte une solution d'EDTA, puis observer.**

**Protocole du titrage :**

EDTA

Prise d’essai

**a. Mesurer 100 mL de solution à titrer à l’aide d’une fiole jaugée de 100 mL (Le bas du ménisque formé par la solution à la surface de l’eau doit être au niveau du trait de jauge). Les verser dans un erlenmeyer (prise d’essai).**

**b. Ajouter 10 mL de solution tampon dans la prise d’essai (ils seront mesurés à l’aide d’une éprouvette graduée).**

**Ajouter alors 10 gouttes de NET avec une pipette.**

**c. Fermer le robinet de la burette et la remplir avec la solution d’EDTA. Chasser la bulle d’air située sous le robinet et ajuster le volume du liquide au zéro en faisant couler le trop plein par le robinet dans un bécher en plastique (poubelle). (Le bas du ménisque formé par la solution doit être sur la graduation zéro.)**

**d. Placer la prise d’essai sur un agitateur magnétique en- dessous de la burette (cf schéma ci-contre). Introduire un aimant dans la prise d’essai et allumer l’agitateur.**

**e. Verser la solution d’EDTA dans la prise d’essai jusqu’au virage du violet-rose au bleu. Le virage a lieu à une goutte près ! Noter la valeur du volume d’EDTA versé : VE en mL**

**f. Calculer le taux d’ions calcium dans la solution.**

**Remarque : En cas de solution colorée, la couleur est gênante pour observer le virage, il faut la diluer pour l’éclaircir avant de la titrer. (Exemple : diluer 20 fois, c’est-à-dire que la concentration en ions calcium sera divisée par 20 dans la solution titrée).**

**a. À l’aide d’une pipette jaugée de 5 mL et d’une poire aspirante, prélever 5 mL de la solution colorée et les placer dans une fiole jaugée de 100 mL.**

**b. Compléter avec de l’eau distillée jusqu’au trait de jauge et agiter la solution diluée obtenue.**

**Préparation** : EDTA à 2,0.10-1 mol/L

**Réaction chimique**

En milieu assez basique (pH = 10), l’EDTA, que l’on notera plus simplement YH4 , réagit selon l’équation : YH4 + 4 OH - = 4 H2O + Y 4 - l’ion Y 4- est ***incolore***

En présence de Ca 2+ ou Mg 2+ ( X2+ ), on obtient les complexes [ CaY ] 2 - ou [ MgY ] 2 – ( [ XY ] 2 - ) très stables et ***incolores***, selon l’équation :

X 2+ + Y 4 - = [ XY ] 2 – l’ion [ XY ] 2 – est ***incolore***

**A noter** : ce dosage fonctionne pour les ions Ca 2+ et Mg 2+ mais il faut rester simple pour les élèves de seconde. De plus on considère la quantité de Mg 2+ comme faible à côté du Ca 2+.

D’autre part le **n**oir d’**é**riochrome **T** ( N.E.T. ) est ***bleu*** à pH = 10 ; on le notera In 3 - .

En présence d’ions Ca 2+ ou Mg 2+, il forme un autre complexe ***rose*** [ CaIn ] - ou [ MgIn ] - ( [ XIn ] - )

moins stable que les précédents, selon l’équation :

X 2+ + In 3 - = [ XIn ] -

bleu rose

**Utilisation du NET comme indicateur de fin de réaction**

Par conséquent, à pH = 10, dans un mélange composé de très peu de NET + Ca 2+ et / ou Mg 2+ , il se forme un complexe [XIn] - ***rose*** , on ajoute de l’EDTA qui forme un complexe plus stable et ***incolore*** [XY] 2- avec X2+.

A l'équivalence, X2+ a disparu, alors l’EDTA détruit le complexe [XIn] - ***rose*** peu stable***,*** ce qui régénère

In 3 - qui est ***bleu***. (réaction 2)

A l'équivalence, les quantités de matière de réactifs mis en présence sont en proportions stœchiométriques :

n0(Ca2++Mg2+) = Ve. c

**En considérant qu’il n’y a pas de Mg2+**

**[Ca2+]0**= Ve. c EDTA / V prise d’essais = Ve . 2,0.10-1 / 0,10 = Ve . 2,0 mol/L Soit **un taux de calcium = [Ca2+]** . M **Ca2+** = Ve . 80 g/L avec Ve en L ou alors

**un taux de calcium = Ve (en mL) . 80 en mg/L**