






Analyse d'une pollution au plomb


Le 15 Avril 2019, un violent incendie se déclare dans la cathédrale Notre-Dame de Paris pendant près de 15 heures. La flèche qui s'est finalement effondrée était recouverte de 250 tonnes de plomb, et le reste de la charpente était recouvert de feuilles ou tuiles de plomb pour un total de 210 tonnes. Cet incendie a engendré une importante pollution au plomb dans les quartiers à proximité de la cathédrale.

Le plomb est un métal lourd à bas point de fusion (327,5 °C). Présent sous forme métallique sur la toiture, il peut aisément s'oxyder dans les conditions d'un incendie pour former des oxydes de plomb (PbO et PbO₂). Le **saturnisme** est une **intoxication par le plomb** dangereuse pour la santé car le plomb a toujours des effets toxiques sur l'organisme, même à faible dose, surtout au niveau du système nerveux, de la moelle osseuse et des reins. Le plomb pénètre dans l'organisme par voie digestive (après ingestion par la bouche), par voie respiratoire, par la peau, par les muqueuses et par voie transplacentaire chez la femme enceinte. Le plomb absorbé est stocké dans l'organisme (90 % du plomb absorbé est stocké au niveau des os) et peut être relargué dans le sang longtemps après l'exposition au plomb. Les effets de l'intoxication au plomb sont donc souvent tardifs. Selon l'âge et la durée d'exposition, une **intoxication par le plomb** peut provoquer des troubles réversibles (anémie, troubles digestifs), mais aussi irréversibles (retard mental et/ou psychomoteur...)¹.

Dans ce contexte, nous nous proposons d'effectuer une analyse du plomb au degré d'oxydation +2 (Pb²⁺) extrait d'un échantillon de cendres afin d'en déterminer le pourcentage massique. Deux méthodes seront utilisées : la complexométrie et la pH-métrie.

Fiche de sécurité relative au plomb

 GHS08 Danger pour la santé	 GHS07 Nocif / irritant	 GHS05 Corrosif	 GHS09 Dangereux pour l'environnement	 GHS03 Comburant
Toxicité aiguë par voie orale, par inhalation, Danger d'effets cumulatifs, Toxique pour la reproduction	Lésions oculaires graves		Dangereux pour l'environnement aquatique, toxicité chronique : très toxique	Comburant

 **Le plomb étant très toxique par ingestion, bien se laver les mains en cas de contact avec la peau. Toutes les solutions contenant du plomb seront transvasées dans un bidon de récupération prévu à cet effet.**

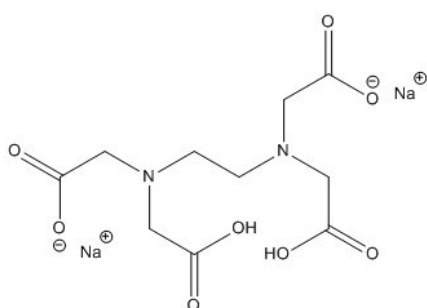
¹ <https://www.ameli.fr/assure/sante/themes/saturnisme/definition-exposition-plomb>, consulté le 10/02/2020.

I. Préparation de l'échantillon à analyser

L'échantillon à doser a été préparé de la manière suivante :

- Une masse de 5 g de cendres contaminées au plomb est mise en suspension dans un bécher contenant 50 mL d'une solution d'acide perchlorique (HClO_4) à $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ et mis sous vive agitation pendant une dizaine de minutes afin d'extraire les ions Pb^{2+} .
- La solution est ensuite filtrée à l'aide d'un entonnoir et d'un papier filtre et le filtrat est récupéré dans une fiole jaugée de 100 mL, puis complétée à l'eau distillée jusqu'au trait de jauge. Soit S la solution obtenue.

II. Dosage de la solution S contenant les ions Pb^{2+} par complexométrie



Le sel disodique de l'acide éthylène diamine tétra-acétique (EDTA, symbolisé par Y^{2-} , 2 Na^+ , Figure 1) forme des complexes du type :

$\text{MY}^{(2-n)-}$ avec de nombreux métaux (M^{n+}).

Cette réaction n'est pas une réaction ionique, **une mole d'EDTA complexe une mole d'ion métallique** quelle que soit sa charge.

Figure 1 : Structure de l'EDTA

Mode opératoire

- Introduire une prise d'essai $E_1 = 20,00 \text{ mL}$ de la solution de plomb à doser (solution S) dans un erlenmeyer. Ajouter 3 à 4 spatules d'hexaméthylènetétramine.
- Ajouter une pointe de spatule d'indicateur coloré orangé de xylénol et titrer avec la solution d'EDTA ($[\text{Y}^{2-}] = 0,1 \text{ mol L}^{-1}$) jusqu'au virage du violet/rouge au jaune persistant (la couleur doit persister au moins une minute). Faire deux dosages précis (V_{eq1} et V_{eq2}). On moyennera les deux volumes équivalents pour la suite des calculs ($\langle V_{\text{eq}} \rangle$). Les solutions dosées seront versées dans le bidon de récupération.

Question 1 : Ecrire l'équation bilan de la complexation de Pb^{2+} par l'EDTA (Y^{2-})

Question 2 : Exprimez la relation entre la concentration de la solution d'EDTA $[\text{Y}^{2-}]$, le volume équivalent moyen ($\langle V_{\text{eq}} \rangle$), la concentration molaire $[\text{Pb}^{2+}]$ et le volume de la prise d'essai (E_1) de la solution de plomb.

Question 3 : En déduire la concentration molaire moyenne de la solution de Pb^{2+} .

Question 4 : En déduire la masse de plomb contenue dans l'échantillon de cendres pesées puis déterminer le pourcentage massique de plomb contenu dans les cendres contaminées.

III. Dosage de la solution S contenant les ions Pb^{2+} par pH-métrie

L'addition de soude ($Na^+_{(aq)}$, $OH^-_{(aq)}$) sur une solution contenant des ions Pb^{2+} entraîne la formation d'un précipité d'hydroxyde de plomb. Il est donc possible de doser les ions Pb^{2+} par pH-métrie. La solution à doser contenant également de l'acide perchlorique, il se produira donc deux réactions successives lors du dosage :

Le premier saut de pH correspond à la réaction entre l'acide perchlorique et la soude, le second saut de pH à la précipitation de l'hydroxyde de plomb.

Mode opératoire

- Préparation de la solution titrante de soude :

Question 5 : Calculer la masse théorique de soude à peser pour préparer 50 mL de solution de soude à $0,1 \text{ mol L}^{-1}$.

- Peser la soude dans un bécher (noter précisément la masse pesée), dissoudre avec de l'eau distillée puis transvaser le contenu du bécher quantitativement dans une fiole jaugée de 50 mL. Compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée.

Question 6 : Calculer la concentration molaire réelle en OH^- à partir de la masse expérimentalement pesée.

- Etalonner le pH-mètre avec les solutions étalon pH 4 et pH 7.
- Mettre une prise d'essai $E_2 = 10,00 \text{ mL}$ de la solution de plomb à doser dans un bécher de 100 mL + environ 20 mL d'eau distillée (à l'éprouvette). Titrer par la solution de NaOH préparée par incréments de 0,5 mL jusqu'à verser 25 mL de soude. A la fin du dosage, verser le contenu du bécher dans le bidon de récupération.

Question 7 : Tracer la courbe $pH = f(V_{OH^-})$ sur papier millimétré. Déterminer les deux volumes équivalents (V_{e1} et V_{e2}) par la méthode des tangentes parallèles.

Question 8 : Ecrire les équations bilan des deux réactions successives ayant eu lieu lors du dosage.

Question 9 : Exprimer le volume de soude nécessaire pour précipiter les ions Pb^{2+} en fonction de V_{e1} et V_{e2} puis écrire la relation entre $[Pb^{2+}]$, E_2 , V_{e1} , V_{e2} et $[OH^-]$. En déduire la concentration molaire de la solution de Pb^{2+} .

Question 10 : En déduire la masse de plomb contenue dans l'échantillon de cendres pesées puis déterminer le pourcentage massique de plomb contenu dans les cendres contaminées. Comparer avec le résultat obtenu à la question 4 (écart relatif) et donner un résultat moyen.

Données :

Masse molaires

Pb : $207,2 \text{ g mol}^{-1}$

Na : 23 g mol^{-1}

O : 16 g mol^{-1}

H : 1 g mol^{-1} .