

TP n° 17

Dosage complexométrique du fer par Spectrophotométrie d'absorption

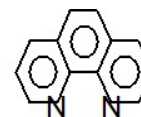
1. Travail de préparation à effectuer avant la séance

Rappeler le principe d'un dosage par spectrophotométrie d'absorption dans le visible (principe d'une courbe d'étalonnage ($A=f(c)$), loi de Beer-Lambert, solution à doser, gamme de concentration, longueur d'onde de travail...)

Votre objectif est donc de préparer une gamme de solutions étalons comme suit :

	Solutions étalons							Solution inconnue	
N° solution	N° 0	N°1	N°2	N°3	N°4	N°5	N°6	N°7 (Inconnue)	N°8 (Inconnue)
V _{Fe2+} (mL) solution mère	0	1	2	3	4	5	10	3	10
V (mL) chlorhydrate orthophénantroline	V _m *2							V' _m *2	
Volume final (mL)	Compléter avec de l'eau distillée à 50 mL								
[Fe ²⁺] (mol/L)	0							?	?
A (absorbance)	0								

La solution mère de Fer II a une concentration de $[Fe^{2+}] = 5,00.10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$.



o-phénantroline

On ajoute dans chaque fiole une solution de chlorhydrate d'orthophénantroline qui conduit à la formation d'un complexe rouge : l'ion tri-orthophénantroline fer II $[Fe[C_{12}H_8N_2]_3]^{2+}$.

Ecrire l'équation de la réaction de complexation.

Soit V_m , le volume minimum de la solution de chlorhydrate d'orthophénantroline ($c = 8,5.10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$) à ajouter, pour complexer tous les ions fer II contenu dans chacune des fioles de 1 à 8.

Dresser un tableau d'avancement de la réaction de complexation des ions Fe^{2+} par le chlorhydrate d'orthophénantroline

Etablir la relation, dans les conditions stœchiométriques, entre le nombre de moles des ions Fe^{2+} contenu dans la fiole la plus concentrée en ions Fe^{2+} (fiole N°6) et le nombre de moles du chlorhydrate d'orthophénantroline. En déduire V_m .

Refaire le même calcul pour la fiole N°8 dont la concentration en Fe^{2+} de la solution inconnue est exactement $3,30 \cdot 10^{-3} \text{ mol/L}$. Soit V_m , le volume minimum.

2. Manipulations

La verrerie doit être parfaitement propre. N'hésitez pas à relaver convenablement si nécessaire.

Préparer une solution mère en Fe^{2+} de concentration exactement environ : $[\text{Fe}^{2+}] = 5 \cdot 10^{-4} \text{ M}$.

Préparer 50 mL de chacune des solutions comme indiqué dans le tableau précédent.

Laisser reposer les solutions préparées pendant 30 minutes.

Bien agiter les solutions avant les mesures

Mesurer l'absorbance de chacune des solutions préparées

Tracer le graphe $A = f([\text{Fe}^{2+}])$ pour les solutions étalons et commenter l'allure de la courbe

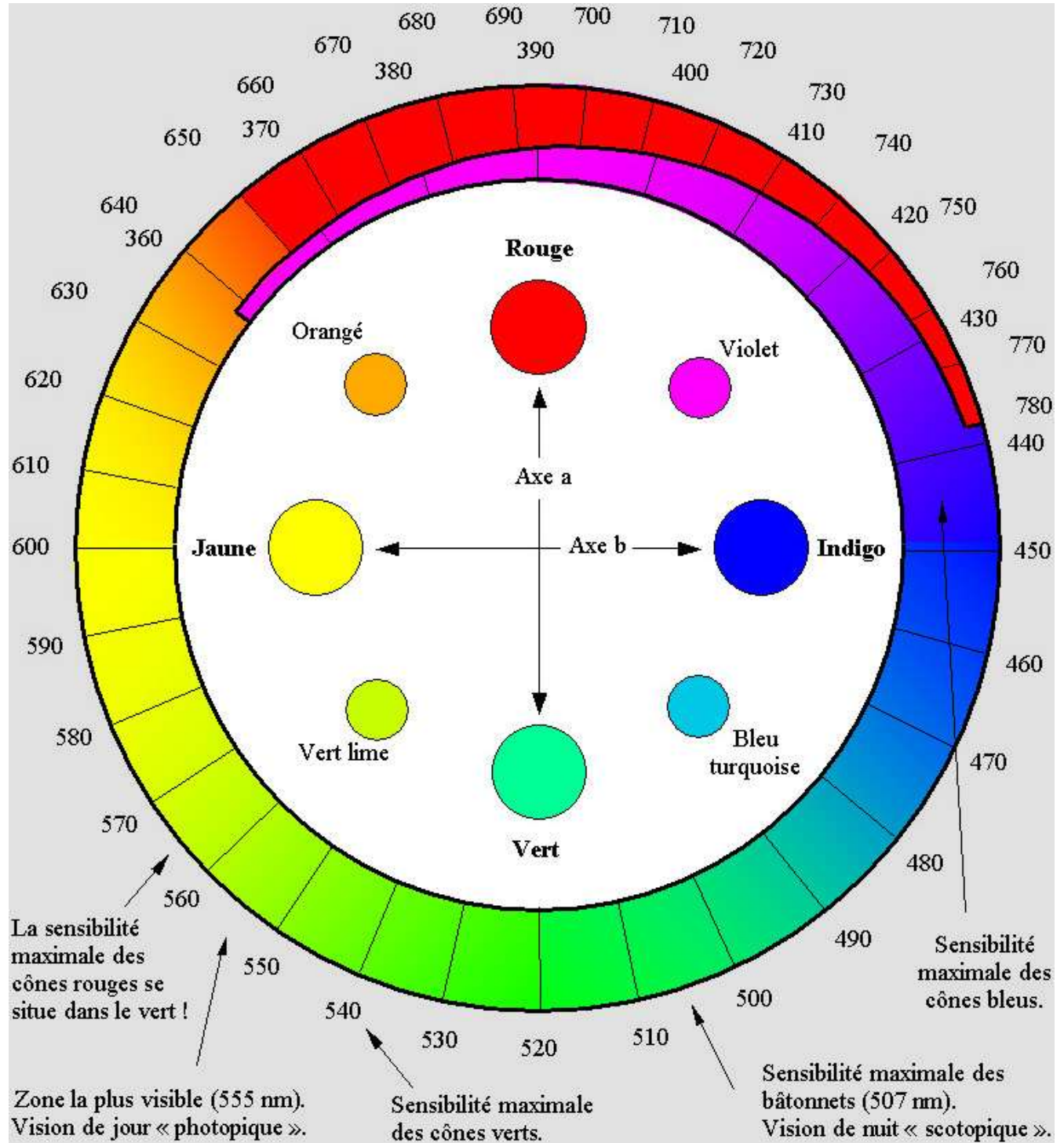
En déduire la concentration de la solution dans les fioles N°7 et 8. Et celle de la solution inconnue.

3. Conclure

Vérifiez la présence, l'état et la propreté de votre matériel en début et en fin de séance.

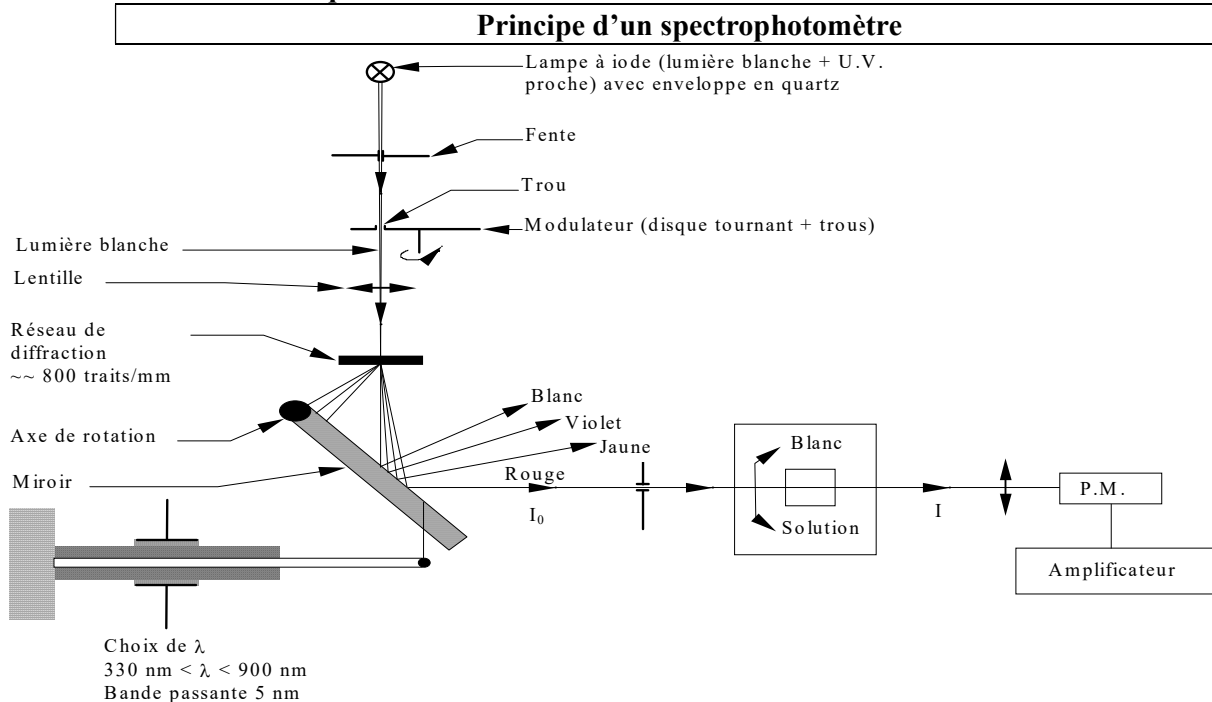
Rappel de la correspondance λ /couleur :

$\lambda(\text{nm})$	350 - 400	400 - 500	525	550 - 590	590 - 610	610 - 650
couleur	indigo	bleu	vert	jaune	orange	rouge



ANNEXE : Principe d'un spectrophotomètre

La spectrophotométrie d'absorption, en ce qui nous concerne, a pour objet la mesure de l'atténuation d'un faisceau monochromatique à travers une substance absorbante.



La source de lumière est en général une lampe à filament de tungstène qui émet un rayonnement compris entre 300 nm et environ 2 μ m qu'il faut séparer : c'est le rôle du monochromateur.

Le monochromateur est souvent constitué par un réseau de diffraction et on prélève à l'aide d'une fente étroite la radiation voulue. L'avantage du réseau est sa dispersion angulaire, qui peut être 10 à 30 fois supérieure à celle d'un prisme (réfraction).

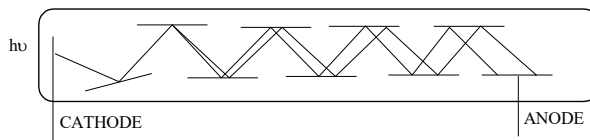
La cuve peut être en verre ou en plastique, car nous travaillons dans le domaine du visible. Le quartz étant utilisé dans une étude en U.V.

$$\text{IR} > 800 \text{ nm} > \text{VISIBLE} > 400 \text{ nm} > \text{U.V.}$$

La détection se fait par un photomultiplicateur (PM) qui transforme l'intensité lumineuse en intensité électrique. Le principe d'un PM est simple, les photons reçus par une cathode provoquent une émission électronique. Chaque électron extrait de la cathode est accéléré et dirigé sur une dynode où il extrait K électrons. Ceux-ci à leur tour sont dirigés vers une seconde dynode qui multiplie de la même façon le nombre d'électrons par K, puis une troisième, etc...

A l'extrémité de la chaîne, le faisceau d'électrons est recueilli par l'anode A.

$$N = 6 / 0,602 = 10$$



Liste du matériel nécessaire :

- 3 béchers de 150 cm³ forme basse
- 1 burette graduée + pince de Mohr
- 2 cuves en plexiglas
- 1 fiole jaugée de 500 cm³ + bouchon
- 9 fioles jaugées de 50 cm³ + bouchons
- 1 fiole jaugée 100 mL
- 1 entonnoir liquide
- 1 poire pour pipette Pasteur
- 1 support burette
- 1 verre de montre
- 1 Micropipette 1-10 mL
- 1 Micropipette 0,5-1 mL
- 1 pissette d'eau distillée

Liste des produits nécessaires :

- | | |
|--|--------------------------------|
| - Chlorhydrate d'orthophénantroline | solution à 2 g.L ⁻¹ |
| - Sulfate de fer FeSO ₄ ,7 H ₂ O | cristaux |
| - Solution de fer II de concentration inconnue | |