# Dosage des ions $Fe^{2+}$
# Dans un vin.

## 1.- Principe

L'ion $Fe^{2+}$(aqueux) donne avec l'orthophénanthroline un ion complexe de couleur rouge orangé contenant trois molécules d'orthophénanthroline par ion ferreux de formule $\{Fe(o\text{-}phen_3)\}^{2+}$. Cet ion complexe est stable dans une zone de pH comprise entre 2 et 9. On le placera en pratique, dans une solution tampon acide éthanoïque/éthanoate de pH = 4,75.

On se propose de réaliser trois manipulations

- tracé du spectre d'absorption du complexe $\{Fe(o\text{-}phen_3)\}^{2+}$ afin de déterminer la longueur d'onde qui correspond au maximum d'absorption.

- vérification de la loi de Beer-Lambert par le tracé de la courbe d'étalonnage à partir de solutions de concentrations connues. Ces mesures seront faites au maximum d'absorption et donneront l'absorbance en fonction de la concentration en ion $Fe^{2+}$.

- détermination de la concentration en ion ferreux d'une solution à doser par la mesure de son absorbance et l'utilisation de la courbe d'étalonnage précédemment obtenue.

## 2.- Tracé du spectre d'absorption

Appareils à enregistrement automatique : mesurer l'absorbance d'une solution du complexe en milieu tampon entre 400 nm et 570 nm.
Appareils manuels: mesurer l'absorbance D en faisant varier la longueur d'onde de 10 en 10 nm dans la même gamme de longueurs d'ondes. Tracer la courbe de l'absorbance D en fonction de la longueur d'onde.
(Utiliser un des échantillons ci-après, le moins concentré de préférence)

Déterminer pour chacun des cas la longueur **d'onde correspondant à l'absorption maximum ($l_{max}$)** (entre 500 et 520 nm)

## 3.- Tracé de la courbe d'étalonnage

Préparer une solution de fer ferreux étalon (sel de Mohr) de concentration $10^{-3}$ mol.l$^{-1}$.
sel de Mohr : $FeSO_4$, $(NH_4)_2$ $SO_4$, 6 $H_2O$
M = 392,13 g/mole soit 0,098 g pour une fiole jaugée de 250 ml.
(penser à rajouter 0,5 cm3 d'acide sulfurique concentré 1/2 avant d'ajuster à 250 ml).

Préparer les échantillons de la manière suivante :

- A l'aide d'une burette, introduire dans des fioles jaugées de 50 mL, des quantités croissantes de la solution étalon précédente, à savoir 1, 2, 3, 4 et 5 mL.

- Rajouter dans chaque fiole, 2 mL de la solution d'orthophénanthroline de concentration $10^{-2}$ mol.L$^{-1}$ dans l'alcool.
(M = 182,12 g.mol$^{-1}$ soit 0.091g dans 50 ml).
Vérifier par le calcul que l'orthophénanthroline est en excès dans chaque échantillon.

- Ajouter dans chaque fiole, 5 cm3 d'une solution tampon acétique/acétate à 0,1 mol.l$^{-1}$.

- Attendre 15 min, de façon à ce que le complexe ait le temps de se former.

- Agiter, compléter avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge, boucher la fiole. (Penser à agiter avant chaque utilisation).

- Préparer la solution de référence (le blanc), en prenant les mêmes **quantités** de réactifs (o-phénanthroline et tampon).

## 4.- Mesures

Appareil à *double* faisceau :

Après avoir sélectionné la longueur d'onde correspondant au maximum d'absorption, placer la cuve contenant le blanc sur le faisceau de référence et effectuer la mesure de l'absorbance (DO) pour chacune des solutions.

Appareil à *simple* faisceau :

Après avoir sélectionné la longueur d'onde correspondant au maximum d'absorption, placer la cuve contenant le blanc et ajuster le zéro. Remplacer ensuite cette cuve par celle

contenant les échantillons et mesurer l'absorbance sans toucher aux réglages préliminaires de l'appareil.

Porter les points expérimentaux sur une feuille de papier millimétré, en portant en abscisse les concentrations en ion $Fe^{2+}$ (axe horizontal) et l'absorbance en ordonnée (axe vertical), en tenant compte des incertitudes respectives (à déterminer).

On donne

Trajet optique de la cuve en polystyrène: l = 1,00 cm ± 0,01 cm
Burette: ΔV =0,05 mL
Fioles jaugées: V = 50,0 cm3 ± 0,1 mL.

Déduire graphiquement l'incertitude sur l'absorbance.

Déterminer la valeur du coefficient d'absorption molaire du complexe (E) à cette longueur d'onde avec son incertitude.

## 5.- Détermination de la concentration en ion ferreux de la solution à doser

Prendre 25 $cm^3$ pour du vin blanc de cette solution et rajouter les réactifs comme pour la préparation des échantillons précédents. Mesurer l'absorbance et reporter la valeur trouvée sur la courbe d'étalonnage.

Si la valeur obtenue est en dehors de la gamme d'étalonnage, deux choix sont possibles

- elle est trop faible : concentrer la solution à doser ou en prendre un volume plus important.

- elle est trop grande : prendre un volume de la solution à doser plus petit ou la diluer. Penser que si *la solution à doser est trop concentrée, la quantité d'o-phénanthroline ajoutée risque d'âtre trop faible pour conduire à une formation quantitative du complexe.*

On donne Fe : M = 55,85 $g.mol^{-1}$.
Calculer la concentration en ion $Fe^{2+}$ de la solution inconnue en mole d'ion par litre et en gramme par litre. Evaluer l'incertitude sur une telle détermination.