

<b>TP de chimie n°3</b>	<b>SPECTROPHOTOMETRIE</b> dosage par étalonnage et suivi cinétique d'une réaction chimique	<b>Terminale</b>
-------------------------	---	------------------

**objectifs :**

- Connaître la technique de spectrophotométrie.
- Connaître et savoir utiliser la relation entre l'absorbance et la concentration d'une espèce absorbante en solution.
- Suivi spectrophotométrique d'une transformation chimique.

**I. LOI DE BEER – LAMBERT ET APPLICATION AU TITRAGE D'UNE SOLUTION****1) Obtention d'une échelle de teintes**

On dispose d'une solution aqueuse de diiode  $S_0$  de concentration molaire  $C_0 = 1,0 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$  et d'une solution de Lugol pharmaceutique que l'on a dilué 100 fois ( $S_1$ ).

On cherche à réaliser différentes solutions de diiode de concentrations  $C_i$  connues (cf. tableau ci-dessous).



**2) Mode opératoire.**

*Attention chaque groupe va fabriquer 1 solution  $S_i$ , demander au prof pour connaître le n° de votre groupe*

- A l'aide d'une burette graduée, introduire dans un tube à essais, un volume  $V_i$  de la solution  $S_0$  de diiode (cf tableau ci-dessous). A l'aide d'une autre burette graduée, compléter à 10 mL avec de l'eau distillée
- Boucher et bien agiter.

N° du groupe	N° du tube	Volume $V_i$ de solution $S_0$ à introduire (mL)	Volume d'eau à ajouter (mL)	Volume total (mL)	Concentration $C_i$ de la solution diluée de diiode ( $\text{mol.L}^{-1}$ )
<b>1</b>	1	1,0	9,0	10,0	0,0001
<b>2</b>	2	2,0	8,0	10,0	0,0002
<b>3</b>	3	3,0	7,0	10,0	0,0003
<b>4</b>	4	4,0	6,0	10,0	0,0004
<b>5</b>	5	5,0	5,0	10,0	0,0005
<b>6</b>	6	6,0	4,0	10,0	0,0006
<b>7</b>	7	7,0	3,0	10,0	0,0007
<b>8</b>	8	8,0	2,0	10,0	0,0008
<b>9</b>	9	9,0	1,0	10,0	0,0009
<b>10</b>	10	10,0	0	10,0	0,0010

**3) Utilisation du spectrophotomètre****Réalisation du blanc**

- Brancher le porte cuve à l'extrémité de la fibre optique, brancher le câble d'alimentation électrique.
- Ouvrir le fichier \_abs\_cuve (fichier de paramétrage) essentiel au fonctionnement en absorption).  
Si besoin ajuster la Sensibilité pour ne pas saturer le signal.
- Mettre une cuve d'eau distillée dans le porte cuve, cliquer sur . Le spectre est celui de la source halogène.
- Cliquer sur . Le logiciel s'apprête à réaliser une mesure en absorption.
- Choisir « Courbe active » pour indiquer que le blanc est le spectre actuellement à l'écran.

**Loi de Beer Lambert**

- Cliquer sur l'intercalaire « Beer Lambert ».
- Cliquer sur « changer lambda » et indiquer la nouvelle longueur d'onde de travail.  $\lambda = 450 \text{ nm}$
- Mettre un échantillon dans le porte cuve, attendre quelques secondes, cliquer sur « nouveau point » et indiquer la concentration dans le tableau (uniquement en caractères décimaux). Valider par « Enter ».
- Répéter l'opération avec les solutions connues,

#### **4) Relation entre absorbance et concentration**

- Exporter la courbe  $A = f(C)$  dans Régressi (attention dans Régressi il faut rebaptiser Absorbance par A, sans unité et Concentration par C, en mol/L puis changer les coordonnées : mettre A en ordonnée et C en abscisse).
- A l'aide de la courbe, établir une relation mathématique simple entre l'absorbance et la concentration de diode pour la longueur d'onde de travail (l'équation de la courbe sera obtenue par modélisation).
- Imprimer la courbe.

**Résumé :**

**Pour une solution de diode, à la longueur d'onde 450 nm et pour une longueur de cuve de 1 cm , on a montré que**  
 $A = kC$  avec  $k = \dots\dots$

- Généraliser en énonçant la loi de Beer Lambert.


#### **5) Mesure de l'absorbance de la solution de Lugol**

- Placer dans le spectro une cuve contenant la solution diluée de Lugol de concentration inconnue et relever la valeur de l'absorbance A, noter cette valeur sur votre rapport
- Déterminer à l'aide de la courbe, la concentration C de la solution diluée de Lugol. Détailler votre méthode.
- En déduire la concentration  $C_0$  de la solution pharmaceutique de Lugol.

## **II. SUIVI DE LA CINÉTIQUE DE LA RÉACTION ENTRE L'EAU OXYGÉNÉE ET LES IONS IODURES.**

### **1) Mode opératoire de l'acquisition informatique (réalisé par le professeur)**

Régler la longueur d'onde de travail :  $\lambda = 450 \text{ nm}$

- Cliquer sur l'intercalaire « Cinétique ».
- Cliquer sur  pour définir les paramètres de l'acquisition :
  - Temps Total de l'expérience ( $t = 1200 \text{ s}$ ), valider par « Enter ».
  - Pas minimum et pas maximum (toutes les 10 s).
  - Longueur d'onde de travail  $\lambda = 450 \text{ nm}$ . Valider par « Enter ».

- Mélanger dans un bécher :

10,0 mL de solution d'iodure de potassium dont la concentration en ions iodures est de  $[I^-]_{(aq)} = 0,2 \text{ mol.L}^{-1}$   
 6,0 mL d'acide sulfurique dont la concentration en ions hydrogène est de  $[H^+]_{(aq)} = 0,2 \text{ mol.L}^{-1}$   
 10 mL d'eau distillée.

A la date  $t = 0 \text{ s}$  correspondant au démarrage de l'acquisition, ajouter : 4,0 mL de solution  $H_2O_2$  à  $0,01 \text{ mol.L}^{-1}$ .

- Mélanger les réactifs, placer la cuve dans le porte cuve, cliquer sur « Démarrer ». Pendant la réaction, la vue en haut à gauche affiche l'état de l'absorbance à la longueur d'onde sélectionnée. Le logiciel est bloqué jusqu'au terme de l'enregistrement.

- Au terme de l'enregistrement, vous pouvez choisir une autre longueur d'onde de travail.
- Double cliquer sur les vues en coupe pour effectuer des mesures, exporter  $A = f(t)$  vers Régressi.
- Imprimer la courbe

**2) Exploitation**

- a) Etablir l'équation de la réaction entre l'eau oxygénée et l'ion iodure
- b) Calculer le nombre de moles d'ions iodures noté  $n_0(\text{I}^-_{(\text{aq})})$ , d'ions  $\text{H}^+$  noté  $n_0(\text{H}^+_{(\text{aq})})$ , et d'eau oxygénée notée  $n_0(\text{H}_2\text{O}_{2(\text{aq})})$
- c) Etablir le tableau d'avancement (on notera  $x$  l'avancement de la réaction).
- d) Déterminer l'avancement maximal  $x_{\text{max}}$  et le réactif en défaut si l'on suppose la réaction totale.
- e) On dispose de la courbe  $A = f(t)$  et on a montré que  $A = k C$  avec  $C = [\text{I}_2]$ . Dans Regressi, faire "grandeurs",  $Y+$ , créer la variable calculée, en mol/L,  $C = A/k$  en remplaçant  $k$  par la valeur que vous avez obtenue précédemment. Tracer la courbe  $C = f(t)$ .
- f) A l'aide du tableau d'avancement montrer que  $x = C V_{\text{tot}}$  avec  $V_{\text{tot}} = 30 \text{ mL} = 0,03 \text{ L}$ . Dans Regressi, faire "grandeurs",  $Y+$ , créer la variable calculée, en mol,  $x = C * 0,03$  Tracer  $x = f(t)$ . Imprimer la courbe.
- g) Quel fait expérimental nous indique que la réaction est bien terminée à  $t = 1200 \text{ s}$  ?  
Quel fait expérimental nous indique que la réaction est bien totale à  $t = 1200 \text{ s}$  ?
- h) Déterminer  $t_{1/2}$ . Détailler votre méthode
- i) Calculer les deux vitesses de réaction à la date  $t = 100 \text{ s}$  et  $t = 600 \text{ s}$ . Détailler la méthode. Commenter le résultat.

**DONNEES :**

**Eau oxygénée/Eau**     $\text{H}_2\text{O}_{2(\text{aq})}/\text{H}_2\text{O}_{(\text{l})}$   
**Diode/Ion iodure**     $\text{I}_{2(\text{aq})}/\text{I}^-_{(\text{aq})}$

TP de chimie n°3	<b>SPECTROPHOTOMETRIE</b> dosage par étalonnage et suivi cinétique d'une réaction chimique	Terminale
------------------	---	-----------

**MATERIEL AU BUREAU:**

- Spectrophotomètre + cuves (salle 304)
- Grands tubes à essais
- 1 pipette graduée de 10 mL + pipeteur
- 1 pipette graduée de 2 mL
- 3 béchers de 50 mL
- 3 bécher de 100 mL
- 1 agitateur en verre
- 2 marqueurs noirs
- 2 burette graduée de 25 mL

**PRODUITS AU BUREAU :**

- 200 mL d'une solution de diode à  $0,001 \text{ mol L}^{-1}$
- solution de Lugol pharmaceutique dilué 100 fois
- 100 mL d'une solution d'iodure de potassium à  $0,2 \text{ mol L}^{-1}$
- 50 mL d'une solution d'acide sulfurique à  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  ( $0,2 \text{ mol/L}$  en ions  $\text{H}^+$ )
- 100 mL d'une solution d'eau oxygénée à  $0,01 \text{ mol L}^{-1}$
- eau distillée