

## PARTIE C : EFFECTUER DES CONTROLES DE QUALITE

|                   |  |           |
|-------------------|--|-----------|
| TP spé Chimie n°5 | Dosage par étalonnage de l'élément fer dans un vin blanc | Terminale |
|-------------------|--|-----------|

### Objectifs :

- Déterminer la concentration en ions fer ( $\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$ ) dans un vin blanc.
- Élaborer et suivre un protocole expérimental.
- Construire et exploiter une courbe d'étalonnage.
- Notion d'ion complexe

### I. INTRODUCTION

L'élément fer présent dans le vin provient du raisin mais aussi et surtout de diverses sources de contamination durant la vinification. Le vin étant, à l'abri de l'air, un milieu réducteur, les ions du fer sont, au départ, essentiellement à l'état d'ions  $\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$ . Toutefois au cours de son élaboration, lors des pompages et transvasement, puis lorsqu'on débouche une bouteille, le contact avec le dioxygène de l'air et la dissolution de ce dernier dans le vin, entraîne une oxydation partielle des ions  $\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$  en ions  $\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}$ . **Si la teneur globale en élément fer - ions Fe(II) et Fe (III)- dépasse 10 à 20 mg.L<sup>-1</sup>, il se produit le phénomène de casse ferrique** correspondant à un trouble du vin dû à la formation d'un précipité de phosphate de fer  $\text{FePO}_{4(\text{s})}$ . Il est donc important pour les œnologues, afin de prévenir ce phénomène, de déterminer la concentration en ions fer dans les vins.

### II. EXPERIENCES PRELIMINAIRES

1) Introduire dans un tube à essais environ 1cm de solution de chlorure de fer (III)  $\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})} + 3\text{Cl}^{-}_{(\text{aq})}$  puis ajouter quelques gouttes de thiocyanate de potassium  $\text{K}^{+}_{(\text{aq})} + \text{SCN}^{-}_{(\text{aq})}$ .

a) Écrire l'équation de la **réaction de complexation** entre le chlorure de fer (III)  $\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})} + 3\text{Cl}^{-}_{(\text{aq})}$  et le thiocyanate de potassium  $\text{K}^{+}_{(\text{aq})} + \text{SCN}^{-}_{(\text{aq})}$  sachant qu'il se forme l'ion complexe  $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}_{(\text{aq})}$ .

#### Aide :

- Les ions chlorure  $\text{Cl}^{-}_{(\text{aq})}$  et potassium  $\text{K}^{+}_{(\text{aq})}$  sont des ions spectateurs.
- Une réaction de complexation est une réaction au cours de laquelle il se forme un ion complexe : association de plusieurs édifices chimiques

b) Quelle est la couleur l'ion complexe  $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}_{(\text{aq})}$  formé

2) Introduire dans un autre tube à essais environ 1cm d'une solution aqueuse de sel de Mohr (solution qui contient des ions fer (II)  $\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$ ).

Rajouter quelques gouttes d'acide chlorhydrique à 6 mol.L<sup>-1</sup>. (il n'intervient pas dans la réaction)

Agiter, puis ajouter quelques gouttes de thiocyanate de potassium  $\text{K}^{+}_{(\text{aq})} + \text{SCN}^{-}_{(\text{aq})}$ .

a) Écrire l'équation de la dissolution du sel de Mohr dans l'eau.

**Aide :** Le sel de Mohr est un solide de formule  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}_{(\text{s})}$

b) Les ions fer (II)  $\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$  réagissent ils avec les ions thiocyanate  $\text{SCN}^{-}_{(\text{aq})}$  ?

**Aide :** Dans une solution aqueuse de sel de Mohr, il n'y a que les ions  $\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$  qui réagissent, les autres ions, c'est à dire  $\text{NH}_4^{+}_{(\text{aq})}$  et  $\text{SO}_4^{2-}_{(\text{aq})}$  sont spectateurs

3) Ajouter ensuite dans ce 2<sup>ème</sup> tube à essais quelques gouttes d'eau oxygénée  $\text{H}_2\text{O}_{2(\text{aq})}$  à 20 volumes.

a) Écrire l'équation de la réaction entre l'eau oxygénée et les ions fer (II)  $\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$

**Aide :** L'eau oxygénée va réagir avec les ions fer (II)  $\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$  pour former des ions fer (III)  $\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}$

b) Y a t'il réaction entre les ions fer (III)  $\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}$  formés et les ions thiocyanate  $\text{SCN}^{-}_{(\text{aq})}$  ? Quelle est la couleur de l'ion complexe formé ? Quelle est sa formule ?

#### Données : Couples d'oxydo réduction :

Eau oxygénée/eau :  $\text{H}_2\text{O}_{2(\text{aq})}/\text{H}_2\text{O}_{(\text{l})}$ .

Ion fer (III)/ ion fer (II) :  $\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}/\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$

### III. DOSAGE DE L'ELEMENT FER CONTENU DANS UN VIN BLANC

#### 1) Principe du titrage :

Afin de déterminer la concentration totale en élément fer dans le vin, nous allons oxyder les ions  $\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$  en ions  $\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}$ , plus stables, grâce à une solution oxydante : le peroxyde d'hydrogène (solution d'eau oxygénée).

Ces derniers vont réagir avec les ions thiocyanate  $\text{SCN}^{-}_{(\text{aq})}$  pour former l'ion complexe  $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}_{(\text{aq})}$  coloré qui sera dosé par spectrophotométrie.

#### 2) Rappels de spectrophotométrie:

Un spectrophotomètre mesure la quantité de lumière absorbée par une substance colorée, grandeur appelée « absorbance » et notée A.

L'expérience montre que A dépend de la concentration de la substance qui absorbe la lumière et de la longueur d'onde  $\lambda$  de la lumière absorbée.

Pour une longueur d'onde  $\lambda$  donnée, A est proportionnelle à la concentration molaire C en mol.L<sup>-1</sup> (ou massique  $C_m$  en g.L<sup>-1</sup>).

$A = k \cdot C = k' \cdot C_m$  (loi de BEER-LAMBERT)

#### 3) préparation de 10 solutions étalons d'ions $\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$ .

- On dispose d'une solution mère d'ion  $\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$  à 100 mg.L<sup>-1</sup>.

- Nous souhaitons préparer 50 mL de solution fille de concentration massique  $C_m$  (voir tableau ci-dessous).

- Chaque groupe préparera **très soigneusement une solution (voir ci-dessous pour la préparation)**

|  |          |          |            |           |            |           |             |           |
|--|----------|----------|------------|-----------|------------|-----------|-------------|-----------|
| <b>Étalon n°</b>                                 | <b>0</b> | <b>1</b> | <b>2</b>   | <b>3</b>  | <b>4</b>   | <b>5</b>  | <b>6</b>    | <b>7</b>  |
| <b>C<sub>m</sub> (mg.L<sup>-1</sup>)</b>         | <b>0</b> | <b>2</b> | <b>5</b>   | <b>10</b> | <b>15</b>  | <b>20</b> | <b>25</b>   | <b>30</b> |
| <b>VOLUME de solution mère à prélever V (mL)</b> | <b>0</b> | <b>1</b> | <b>2,5</b> | <b>5</b>  | <b>7,5</b> | <b>10</b> | <b>12,5</b> | <b>15</b> |

- Remplir une burette graduée avec la solution mère d'ion Fe(II) Fe<sup>2+</sup><sub>(aq)</sub> à **100 mg.L<sup>-1</sup>**.
- Verser directement (**et très soigneusement**) dans une fiole jaugée de 50 mL le volume de sol. mère qui correspond à votre solution.
- Compléter avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge. Homogénéiser

#### **4) Préparation de l'échelle de teintes**

- A l'aide d'un marqueur, mettre sur un tube à essais le numéro de la solution que vous préparez
  - Introduire dans ce tube à essais
    - 10 mL de la solution étalon n° ..... à l'aide d'une pipette jaugée.
    - 1 mL d'acide chlorhydrique à 6 mol.L<sup>-1</sup> avec une pipette jaugée.
    - 5 gouttes d'eau oxygénée à 20 volumes. Boucher et agiter
    - 1mL de solution de thiocyanate de potassium
  - Boucher et agiter.
  - Apporter le tube à essais bouchés sur le présentoir placé sur la paillasse du professeur en respectant l'ordre de concentration
- ➔ Vous venez de réaliser une **ECHELLE DE TEINTES**.

#### **5) courbe d'étalonnage**

Mesurons l'absorbance A de chaque solution constituant l'échelle de teintes, le spectrophotomètre étant réglé sur la longueur d'onde  $\lambda = 465$  nm correspondant au maximum d'absorption des solutions colorées considérées.

##### **a) 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.
- 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.

##### **b) Loi de Beer Lambert**

- Cliquer sur l'intercalaire « Beer Lambert ».
- Cliquer sur « changer lambda » et indiquer la nouvelle longueur d'onde de travail.  $\lambda = 465$  nm
- Mettre un échantillon dans le porte cuve, attendre quelques secondes,
- Cliquer sur « ajouter point » et Indiquer la concentration (en g.L<sup>-1</sup>) dans le tableau (uniquement en caractères décimaux).
- Valider par « Enter ».

Répéter l'opération avec les solutions connues.

**Vider et rincer les cuves rapidement après utilisation.**

Compléter le tableau ci-dessous :

|  |          |          |          |           |           |           |           |           |                         |                         |
|--|----------|----------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-------------------------|-------------------------|
| <b>Étalon n°</b>                         | <b>0</b> | <b>1</b> | <b>2</b> | <b>3</b>  | <b>4</b>  | <b>5</b>  | <b>6</b>  | <b>7</b>  | <b>Vin 1 : Riesling</b> | <b>Vin 2 : Sylvaner</b> |
| <b>C<sub>m</sub> (mg.L<sup>-1</sup>)</b> | <b>0</b> | <b>2</b> | <b>5</b> | <b>10</b> | <b>15</b> | <b>20</b> | <b>25</b> | <b>30</b> |                         |                         |
| <b>Absorbance A</b>                      | <b>0</b> |          |          |           |           |           |           |           |                         |                         |

#### **6) Préparation de l'échantillon de vin**

Vous avez le choix entre doser le **Vin 1 : Riesling** ou le **Vin 2 : Sylvaner**

A l'aide d'une pipette jaugée, prélever 10 mL de vin blanc décoloré (les vins, mêmes blancs, étant colorés par les tanins, il est nécessaire de les décolorer préalablement avec du noir de carbone) et l'introduire dans un tube à essais.

- Ajouter :
- 1 mL d'acide chlorhydrique à 6 mol.L<sup>-1</sup>.
  - 5 gouttes d'eau oxygénée à 20 volumes. Boucher et agiter
  - 1mL de solution de thiocyanate de potassium. Boucher et agiter

- En utilisant l'échelle de teinte, proposer un encadrement pour la concentration massique en ions Fe<sup>2+</sup><sub>(aq)</sub> de l'échantillon de vin.
- Mesurer l'absorbance de votre échantillon de vin. Noter la valeur sur votre rapport.

#### **5) Questions et exploitation**

- Pourquoi a-t-on choisi la radiation de longueur d'onde  $\lambda = 465$  nm ?
- Exporter les données sur Regressi ou Excel
  - Tracer la courbe  $A = f(C_m)$ .
  - Afficher son équation sur le graphique
  - faites vérifier la courbe par le prof puis l'imprimer
- Déterminer graphiquement et par le calcul la concentration massique C<sub>m</sub> en ions fer du vin blanc étudié.
- Est-ce que ce vin peut subir une casse ferrique ?

#### **Exercices**

**ER p 165 + CE p 166**

**n° 5 p 167**

**(+ le n° 08 p 168 si vous avez le temps)**

**PRODUITS AU BUREAU :**

- 2 échantillons (chacun de 200 mL) de vin blanc préalablement décoloré au noir de carbone:  
Vin 1 : Riesling et Vin 2 : Sylvaner
- 500 mL d'une solution mère d'ions  $\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$  à  $100 \text{ mg.L}^{-1}$  (La solution mère sera préparée en dissolvant 7g de cristaux de sels de Mohr dans 1L de solution, puis en diluant la solution obtenue 10 fois).
- 100 mL de solution de thiocyanate de potassium ( $\text{K}^{+}_{(\text{aq})} + \text{SCN}^{-}_{(\text{aq})}$ ) à  $2 \text{ mol.L}^{-1}$
- 100 mL de solution de chlorure de Fer (III) à  $0,01 \text{ mol L}^{-1}$
- 100 mL de solution d'eau oxygénée à 20 volumes
- 100 mL de solution de sel de Mohr  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  à  $0,01 \text{ mol L}^{-1}$
- 100 mL de solution d'acide chlorhydrique à  $6 \text{ mol.L}^{-1}$

**MATERIEL AU BUREAU :**

- 4 béchers de 250 mL
- 10 béchers de 100 mL
- 2 marqueurs
- 1 spectrophotomètre + cuves
- 1 portoir de tubes à essais numérotés de 1 à 12
- 1 burette graduée

**PRODUITS PAR GROUPE :**

- Eau distillée

**MATERIEL PAR GROUPE :**

- 5 béchers de 50 ou 100 mL
- 1 pipette Pasteur
- 1 portoir de tubes à essais + 1 bouchon
- 2 fioles jaugées de 50 mL avec bouchons
- 1 burette graduée de 25 mL
- 2 pipettes jaugées de 1mL et 10 mL + pipeteur
- Gants
- Lunettes de protection