

I. BUT

Déterminer la concentration en élément fer d'un vin blanc en se servant d'un complexe coloré et d'une échelle de teinte.

Si la dose de fer dans un vin est trop élevée, l'excès peut réagir avec des phosphates et former un trouble et un dépôt qui constitue ce qu'on appelle la casse ferrique. Au-dessus de 10 à 15 mg.L<sup>-1</sup>, la casse ferrique devient probable.

II. PRINCIPE

Le vin blanc contient l'élément fer sous forme d'ions ferreux Fe<sup>2+</sup>, d'ions ferriques Fe<sup>3+</sup> et de sels complexes.

Afin de doser la totalité du fer présent, on ajoute :

- de l'acide sulfurique qui permet de dissocier tous les sels complexes du fer ;
- de l'eau oxygénée pour oxyder les ions Fe<sup>2+</sup> en ions Fe<sup>3+</sup>.

Le fer, alors uniquement présent sous forme d'ions Fe<sup>3+</sup>, sera révélé par une solution de thiocyanate de potassium : les ions Fe<sup>3+</sup> forment avec les ions thiocyanate un complexe coloré rouge [Fe(SCN)]<sup>2+</sup> de même concentration que le fer.

On estimera ensuite la concentration en élément fer par comparaison de la coloration rouge obtenue avec celle d'un témoin dans lequel on aura ajouté des doses croissantes de fer sous forme d'ions Fe<sup>3+</sup>. La précision de la méthode est de l'ordre de 1 mg.L<sup>-1</sup>. La méthode spectrophotométrique viendra ensuite compléter cette évaluation colorimétrique.

III. MODE OPERATOIRE

a) On dispose d'une solution mère S<sub>0</sub> de concentration massique en fer II c<sub>0</sub> = 13 mg.L<sup>-1</sup> (pourquoi 13 et non pas 10 ou 15 ?)

Préparer 7 tubes à essais numérotés de 1 à 7 et contenant chacun :

- 1 mL d'acide sulfurique à 2 mol.L<sup>-1</sup>.
- 1 mL d'une solution de thiocyanate de potassium à 2 mol.L<sup>-1</sup>.

Ces 2 volumes seront prélevés à la pipette jaugée munie d'une poire à aspirer.

Les tubes seront rangés dans un porte-tubes.

b) Remplir deux burettes graduées : l'une avec la solution S<sub>0</sub>, l'autre avec de l'eau distillée.

Au tube n° 1 on ajoute 1 mL de S<sub>0</sub> puis 9 mL d'eau distillée : le volume total dans le tube n° 1 est ainsi égal à 12 mL. Au tube n° 2 on ajoute 2 mL de S<sub>0</sub> puis 8 mL d'eau distillée : le volume total dans le tube n° 2 est aussi égal à 12 mL. Faire de même avec les tubes suivants en y ajoutant 3, 4, 5 et 6 mL de la solution S<sub>0</sub>, et 7, 6, 5, 4 mL d'eau distillée.

Dans le tube n°7 ajouter seulement 10 mL de vin décoloré.

c) Dans chacun des 7 tubes ajouter ensuite 1 mL d'eau oxygénée à 20 volumes et homogénéiser. La coloration rouge du complexe apparaît plus ou moins intense : les tubes n° 1 à 6 constituent une échelle de teinte indicatrice de la concentration massique en ions fer III. On compare ensuite

visuellement l'intensité de la coloration obtenue dans le 7<sup>ème</sup> tube à cette échelle de teinte pour en déduire la concentration en fer du vin.

N° tube	1	2	3	4	5	6		7
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1 mL		1 mL					
KSCN	1 mL		1 mL					
S <sub>0</sub>	1 mL	2 mL	3 mL	4 mL	5 mL	6 mL		10 mL
Eau	9 mL	8 mL	7 mL	6 mL	5 mL	4 mL		de vin
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	1 mL		1 mL					
V <sub>total</sub>	13 mL		13 mL					
A								

IV. DOSAGE SPECTROPHOTOMETRIQUE.

Un spectrophotomètre est un appareil qui permet de déterminer la quantité de lumière absorbée par une substance colorée. La grandeur mesurée, l'absorbance A, est proportionnelle à la concentration de la substance qui absorbe la lumière pour un même type de cuve et pour une longueur d'onde donnée. (loi de Beer-Lambert).

Le spectrophotomètre est réglé sur  $\lambda = 470$  nm qui correspond au maximum d'absorption. On a la relation :  $A = k.c$  où c est la concentration de l'espèce colorée absorbante.

Pour chaque tube, mesurer l'absorbance A et noter les valeurs dans le tableau de mesures.

V. RESULTATS ET EXPLOITATION.

a) A partir des données, calculer la concentration massique en ions Fe<sup>3+</sup> dans chacun des tubes n° 1 à 6 et en déduire celle du tube n° 7 par la méthode visuelle.

Tracer la courbe  $A = f(c)$  et placer sur le graphe la valeur de l'absorbance qui correspond au tube n° 7. En déduire la concentration en élément fer du contenu du tube n° 7 et donc celle du vin. Comparer les deux résultats. Lequel vous semble le plus fiable ?

b) Ecrire les demi-équations électroniques correspondant aux couples suivants : Fe<sup>3+</sup>/Fe<sup>2+</sup> et H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>O. Ecrire l'équation de la réaction qui a lieu entre les ions Fe<sup>2+</sup> et le peroxyde d'hydrogène.

c) Pour préparer la solution utilisée on a préparé d'abord 250 mL d'une solution intermédiaire. Quelle masse de sel de Mohr a-t-il fallu dissoudre dans 250 mL d'eau distillée pour obtenir la solution intermédiaire de concentration massique en ions fer II égale à 0,650 g.L<sup>-1</sup> ?

Comment cette solution a-t-elle été ensuite diluée pour obtenir 1L de la solution mère S<sub>0</sub> ?

Pourquoi préparer une solution intermédiaire ?

DONNEES :

Sel de Mohr: (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O

Masses molaires en g.mol<sup>-1</sup>: N = 14; H = 1; Fe = 56; S = 32; O = 16;

NB : le sel de Mohr permet d'obtenir des solutions ferreuses plus stables.