

Analyse d'un pigment à base d'oxyde de fer

Un pigment est une espèce chimique colorante, insoluble dans le milieu qu'elle colore.

Cet exercice s'intéresse à l'analyse d'une poudre colorante contenant un pigment minéral d'oxyde de fer, de formule Fe_2O_3 (s).

Selon le fabricant de ce pigment, la teneur en oxyde de fer de cette poudre est de 5 % soit :

$$\frac{\text{masse d'oxyde de fer}}{\text{masse de poudre colorante}} = 0,05$$

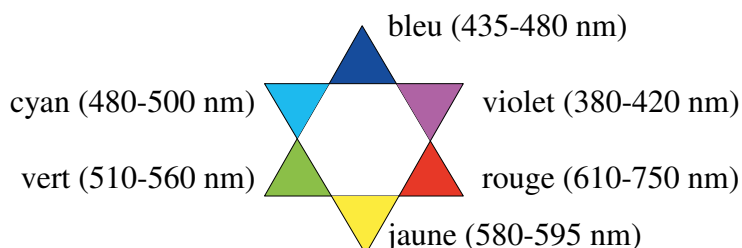
L'analyse quantitative de ce produit s'effectue selon un dosage par étalonnage qui se déroule en trois étapes :

- la préparation d'une gamme étalon contenant des ions fer III
- la réalisation de la courbe d'étalonnage à l'aide de mesures spectrophotométriques sur des solutions de concentrations connues
- la préparation, puis l'analyse de l'échantillon

Données

masses molaires : $M(\text{Fe}) = 55,9 \text{ g.mol}^{-1}$ $M(\text{O}) = 16,0 \text{ g.mol}^{-1}$
 $M(\text{Cl}) = 35,5 \text{ g.mol}^{-1}$ $M(\text{H}) = 1,0 \text{ g.mol}^{-1}$

étoile chromatique :



1 Préparation d'une gamme étalon de solutions d'ion fer III

Afin d'obtenir une gamme étalon colorée, on ajoute des ions thiocyanate aux ions fer III. On réalise la gamme étalon à partir d'une solution mère S_0 contenant des ions fer III en milieu acide à la concentration en masse en ions fer III : $C(\text{Fe}^{3+}) = 25,0 \text{ mg.L}^{-1}$.

On prépare 250,00 mL de solution mère S_0 par dissolution de chlorure de fer III hexahydraté solide de formule $(\text{FeCl}_3,6 \text{ H}_2\text{O})$.

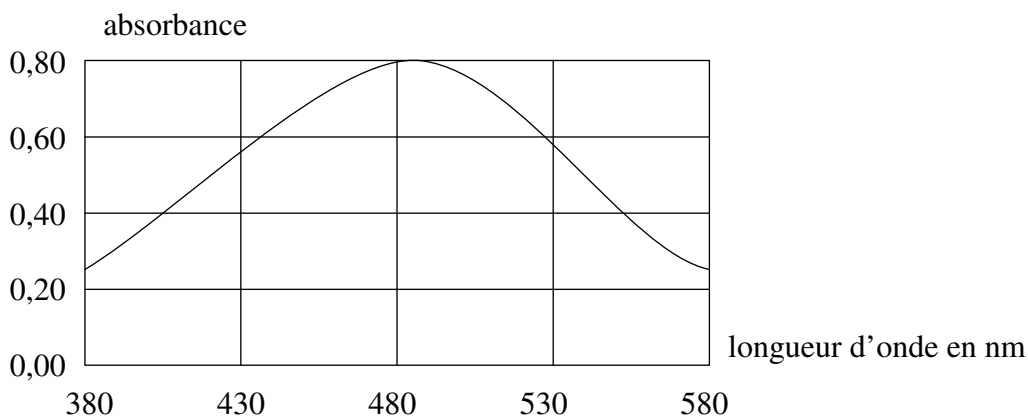
1.1 Ecrire l'équation de la dissolution du chlorure de fer III hexahydraté $(\text{FeCl}_3,6 \text{ H}_2\text{O})$ solide et déterminer la masse de soluté nécessaire à l'obtention de S_0 .

Pour préparer 50,00 mL de chaque solution S_i de la gamme d'étalonnage, on prélève un volume V_i de solution mère auquel on ajoute 1,00 mL de solution de thiocyanate de potassium puis on complète jusqu'au trait de jauge avec de l'eau déminéralisée.

solution S_i	S_1	S_2	S_3	S_4	S_5
concentration en masse C_i des ions fer III (mg.L^{-1})	1,00	2,00	3,00	4,00	5,00

1.2 Nommer la verrerie nécessaire à la préparation de la solution S_5 en justifiant la réponse par un calcul.

On réalise le spectre d'absorption d'une solution d'ions fer III en présence d'ions thiocyanate, dans les mêmes conditions que celles appliquées aux solutions de la gamme étalon.



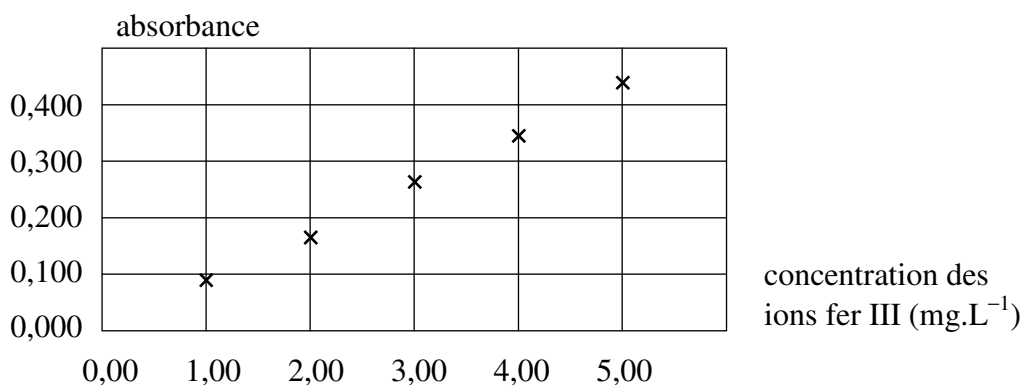
A.3 Déterminer la couleur de la solution. Justifier.

A.4 Indiquer la longueur d'onde λ_0 la plus adaptée pour effectuer les mesures d'absorbance.

2 Réalisation de la courbe d'étalonnage

A l'aide d'un spectrophotomètre réglé à la longueur d'onde λ_0 , on mesure l'absorbance des solutions S_1 à S_5 et on trace la courbe d'étalonnage suivante.

solution S_i	S_1	S_2	S_3	S_4	S_5
absorbance	0,090	0,166	0,264	0,346	0,440



2.1 Expliquer pourquoi la représentation graphique précédente est compatible avec la loi de Beer-Lambert.

2.2 Etablir la relation exprimant l'absorbance en fonction de la concentration en masse d'ions fer III.

3 Préparation de l'échantillon

La solubilité du pigment augmente avec le caractère acide du milieu. On dissout à froid 100,0 mg de produit commercial dans 20,0 mL d'acide chlorhydrique concentré. Lors de la dissolution, une mole d'oxyde de fer Fe_2O_3 libère deux moles d'ions fer III.

Après dissolution, on introduit le mélange dans une fiole de 100,00 mL et on complète jusqu'au trait de jauge avec de l'eau déminéralisée. On nomme S la solution obtenue.

Après dilution au dixième de la solution S, l'échantillon est préparé comme la gamme précédente par ajout d'ions thiocyanate. On mesure l'absorbance de cet échantillon à la longueur d'onde λ_0 et on obtient la valeur : $A = 0,313$.

3.2 A partir de la valeur de l'absorbance mesurée, déterminer la valeur de la teneur de la poudre en oxyde de fer et commenter l'indication sur la teneur maximale fournie par le fabricant.

Corrigé

Analyse d'un pigment à base d'oxyde de fer

Un pigment est une espèce chimique colorante, insoluble dans le milieu qu'elle colore.

Cet exercice s'intéresse à l'analyse d'une poudre colorante contenant un pigment minéral d'oxyde de fer, de formule Fe_2O_3 (s).

Selon le fabricant de ce pigment, la teneur en oxyde de fer de cette poudre est de 5 % soit :

$$\frac{\text{masse d'oxyde de fer}}{\text{masse de poudre colorante}} = 0,05$$

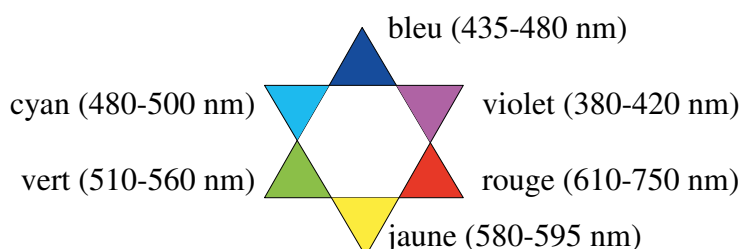
L'analyse quantitative de ce produit s'effectue selon un dosage par étalonnage qui se déroule en trois étapes :

- la préparation d'une gamme étalon contenant des ions fer III
- la réalisation de la courbe d'étalonnage à l'aide de mesures spectrophotométriques sur des solutions de concentrations connues
- la préparation, puis l'analyse de l'échantillon

Données

masses molaires : $M(\text{Fe}) = 55,9 \text{ g.mol}^{-1}$ $M(\text{O}) = 16,0 \text{ g.mol}^{-1}$
 $M(\text{Cl}) = 35,5 \text{ g.mol}^{-1}$ $M(\text{H}) = 1,0 \text{ g.mol}^{-1}$

étoile chromatique :



1 Préparation d'une gamme étalon de solutions d'ion fer III

Afin d'obtenir une gamme étalon colorée, on ajoute des ions thiocyanate aux ions fer III. On réalise la gamme étalon à partir d'une solution mère S_0 contenant des ions fer III en milieu acide à la concentration en masse en ions fer III : $C(\text{Fe}^{3+}) = 25,0 \text{ mg.L}^{-1}$.

On prépare 250,00 mL de solution mère S_0 par dissolution de chlorure de fer III hexahydraté solide de formule $(\text{FeCl}_3,6 \text{ H}_2\text{O})$.

- 1.1 Ecrire l'équation de la dissolution du chlorure de fer III hexahydraté $(\text{FeCl}_3,6 \text{ H}_2\text{O})$ solide et déterminer la masse de soluté nécessaire à l'obtention de S_0 .

équation de dissolution



relation entre les concentrations molaires des espèces à partir de l'équation de dissolution

$$\frac{c(\text{FeCl}_3)}{1} = \frac{[\text{Fe}^{3+}]}{1} = \frac{[\text{Cl}^-]}{3}$$

relations entre concentrations massique et molaire

$$c_m(\text{FeCl}_3) = c(\text{FeCl}_3) * M(\text{FeCl}_3,6 \text{ H}_2\text{O}) = [\text{Fe}^{3+}] * M(\text{FeCl}_3,6 \text{ H}_2\text{O})$$

$$c_m(\text{Fe}^{3+}) = [\text{Fe}^{3+}] * M(\text{Fe}^{3+})$$

notations de l'exercice

$$c_m(\text{Fe}^{3+}) = C(\text{Fe}^{3+})$$

$$c_m(\text{FeCl}_3) = \frac{C(\text{Fe}^{3+})}{M(\text{Fe}^{3+})} * M(\text{FeCl}_3, 6 \text{ H}_2\text{O})$$

$$\frac{m(\text{FeCl}_3)}{V_{\text{solution}}} = \frac{C(\text{Fe}^{3+})}{M(\text{Fe}^{3+})} * M(\text{FeCl}_3, 6 \text{ H}_2\text{O})$$

$$m(\text{FeCl}_3) = C(\text{Fe}^{3+}) * M(\text{FeCl}_3, 6 \text{ H}_2\text{O}) * V_{\text{solution}} / M(\text{Fe}^{3+})$$

masses molaires

$$M(\text{FeCl}_3, 6 \text{ H}_2\text{O}) = M(\text{Fe}) + 3 * M(\text{Cl}) + 12 * M(\text{H}) + 6 M(\text{O})$$

$$M(\text{FeCl}_3, 6 \text{ H}_2\text{O}) = 55,9 + 3 * 35,5 + 12 * 1,00 + 6 * 16,0 = 270,4 \text{ g.mol}^{-1}$$

$$M(\text{Fe}^{3+}) \approx M(\text{Fe}) = 55,9 \text{ g.mol}^{-1}$$

$$m(\text{FeCl}_3) = 25,0 \cdot 10^{-3} * 270,4 * 250 \cdot 10^{-3} / 55,9 = 0,0302 \text{ g}$$

Pour préparer 50,00 mL de chaque solution S_i de la gamme d'étalonnage, on prélève un volume V_i de solution mère auquel on ajoute 1,00 mL de solution de thiocyanate de potassium puis on complète jusqu'au trait de jauge avec de l'eau déminéralisée.

solution S_i	S_1	S_2	S_3	S_4	S_5
concentration en masse C_i des ions fer III (mg.L^{-1})	1,00	2,00	3,00	4,00	5,00

- 1.2 Nommer la verrerie nécessaire à la préparation de la solution S_5 en justifiant la réponse par un calcul.

solution mère S_0 de concentration en masse en ions fer III : $C(\text{Fe}^{3+}) = 25,0 \text{ mg.L}^{-1}$

formule de la dilution

$$C(\text{Fe}^{3+}) * V_{S_0} = C_i(\text{Fe}^{3+}) * V_{S_i}$$

$$V_{S_0} = C_i(\text{Fe}^{3+}) * V_{S_i} / C(\text{Fe}^{3+})$$

volumes de solution mère à prélever pour fabriquer 50,00 mL de solutions filles

$$S_1 : V_{S_0} = 1,00 * 50 / 25,0 = 2,00 \text{ mL}$$

..

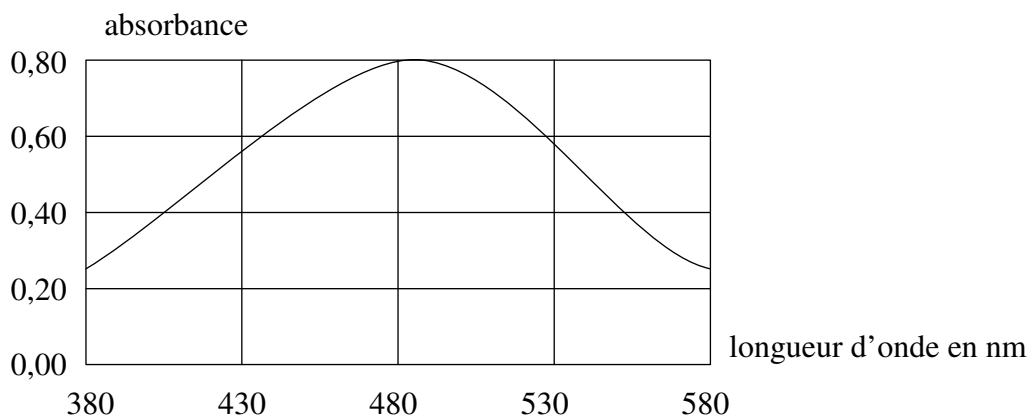
$$S_5 : V_{S_0} = 5,00 * 50 / 25,0 = 10,0 \text{ mL}$$

verreries

fiolle jaugée de 50,00 mL

pipette graduée de 10,00 mL

On réalise le spectre d'absorption d'une solution d'ions fer III en présence d'ions thiocyanate, dans les mêmes conditions que celles appliquées aux solutions de la gamme étalon.



A.3 Déterminer la couleur de la solution. Justifier.

la solution absorbe principalement les lumières dont la longueur d'onde se situe autour de 480 nm c'est à dire les lumières bleues et cyan
la solution aura donc une couleur correspondant au mélange de toutes les autres couleurs du spectre visible (principalement les lumières rouges)

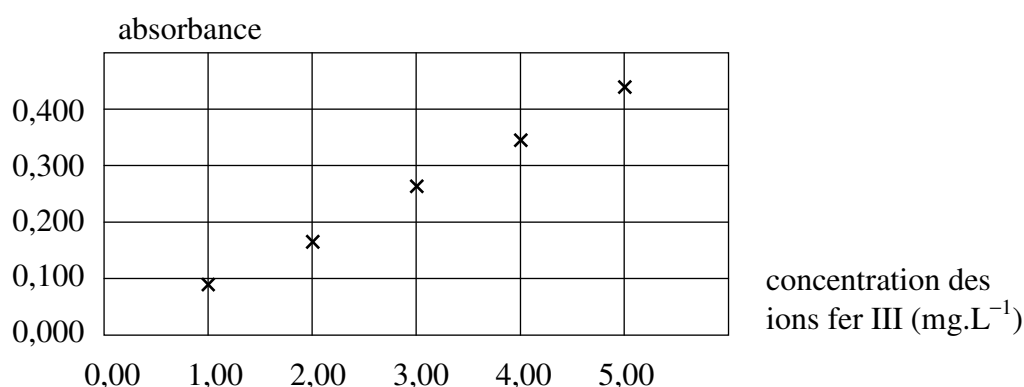
A.4 Indiquer la longueur d'onde λ_0 la plus adaptée pour effectuer les mesures d'absorbance.

la longueur d'onde λ_0 la plus adaptée pour effectuer les mesures se situe au maximum d'absorbance : à peu près 480 nm

2 Réalisation de la courbe d'étalonnage

A l'aide d'un spectrophotomètre réglé à la longueur d'onde λ_0 , on mesure l'absorbance des solutions S_1 à S_5 et on trace la courbe d'étalonnage suivante.

solution S_i	S_1	S_2	S_3	S_4	S_5
absorbance	0,090	0,166	0,264	0,346	0,440



2.1 Expliquer pourquoi la représentation graphique précédente est compatible avec la loi de Beer-Lambert.

la loi de Beer-Lambert exprime la proportionnalité de l'absorbance de la solution avec la concentration molaire en soluté coloré, c'est à dire :

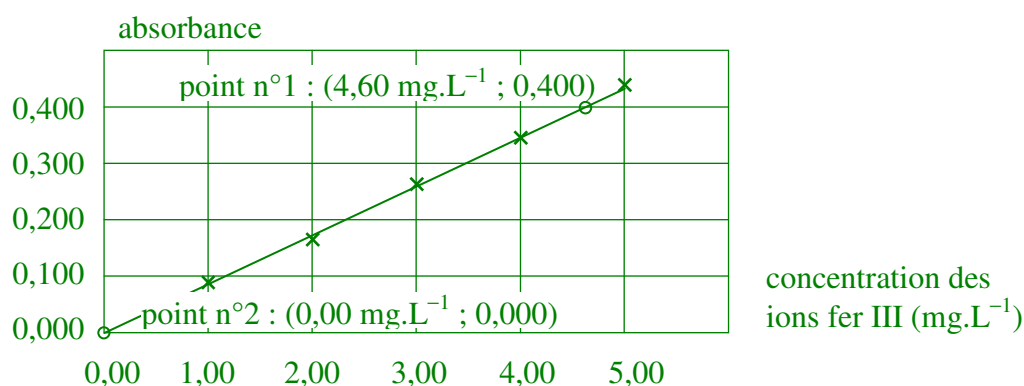
$$A(\text{solution}) = k * c(\text{soluté coloré})$$

mathématiquement une droite qui passe par l'origine des axes

la représentation graphique montre justement une droite qui passe par l'origine des axes

2.2 Etablir la relation exprimant l'absorbance en fonction de la concentration en masse d'ions fer III.

on choisit deux points éloignés appartenant à la droite



$$k = \frac{\Delta A}{\Delta c_m(\text{Fe}^{3+})} = \frac{A_2 - A_1}{c_{m2}(\text{Fe}^{3+}) - c_{m1}(\text{Fe}^{3+})} = \frac{0,000 - 0,400}{0,00 - 4,60} = 0,0870 \text{ L.mg}^{-1}$$

$$A = 0,0870 * c_m(\text{Fe}^{3+})$$

3 Préparation de l'échantillon

La solubilité du pigment augmente avec le caractère acide du milieu. On dissout à froid 100,0 mg de produit commercial dans 20,0 mL d'acide chlorhydrique concentré. Lors de la dissolution, une mole d'oxyde de fer Fe₂O₃ libère deux moles d'ions fer III.

Après dissolution, on introduit le mélange dans une fiole de 100,00 mL et on complète jusqu'au trait de jauge avec de l'eau déminéralisée. On nomme S la solution obtenue.

Après dilution au dixième de la solution S, l'échantillon est préparé comme la gamme précédente par ajout d'ions thiocyanate. On mesure l'absorbance de cet échantillon à la longueur d'onde λ₀ et on obtient la valeur : A = 0,313.

3.1 Expliquer pourquoi il est généralement nécessaire dans ce type de dosage de diluer la solution S.

la loi de Beer-Lambert est vérifiée si la concentration molaire du soluté est faible (en général < 10 mmol.L⁻¹)

3.2 A partir de la valeur de l'absorbance mesurée, déterminer la valeur de la teneur de la poudre en oxyde de fer et commenter l'indication sur la teneur maximale fournie par le fabricant.

question 2.2

$$A = 0,0870 * c_m(\text{Fe}^{3+})$$

$$c_m(\text{Fe}^{3+}) = A / 0,0870 = 0,313 / 0,0870 = 3,60 \text{ mg.L}^{-1}$$

dilution par 10 de la solution S

$$c_{mS}(\text{Fe}^{3+}) = 10 * c_m(\text{Fe}^{3+}) = 36,0 \text{ mg.L}^{-1}$$

une mole d'oxyde de fer Fe₂O₃ libère deux moles d'ions fer III

$$n(\text{Fe}_2\text{O}_3) = n_S(\text{Fe}^{3+}) / 2 = c_{mS}(\text{Fe}^{3+}) * V_S / (2 * M(\text{Fe}^{3+}))$$

$$n(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 36,0 * 10^{-3} * 0,100 / (2 * 55,9) = 3,22 * 10^{-5} \text{ mol.}$$

masse molaire

$$M(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 2 * M(\text{Fe}) + 3 * M(\text{O}) = 2 * 55,9 + 3 * 16,0 = 159,8 \text{ g.mol}^{-1}$$

masse d'oxyde de fer

$$m(\text{Fe}_2\text{O}_3) = n(\text{Fe}_2\text{O}_3) * M(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 3,22 \cdot 10^{-5} * 159,8 = 5,15 \cdot 10^{-3} \text{ g} = 5,15 \text{ mg}$$

teneur en oxyde de fer de la poudre

$$\frac{\text{masse d'oxyde de fer}}{\text{masse de poudre colorante}} = \frac{5,15}{100} = 0,0515$$

le fabricant annonce une teneur en oxyde de fer de 0,05 donc la poudre en contient un peu plus (à 3% près)