

**■ Objectifs :**

Déterminer la teneur en élément fer d'un vin blanc par un dosage par étalonnage à l'aide d'un spectrophotomètre, en vue d'éviter le risque de *casse ferrique* de ce vin.

**I. Dosage des ions fer à l'aide d'une échelle de teinte****1. Introduction**

**Le vin blanc contient des ions fer(III) qui doivent être présents en faible quantité : 89 à 268  $\mu\text{mol.L}^{-1}$ . En effet, si la teneur devient trop importante, un trouble est susceptible d'apparaître appelé casse ferrique ou casse blanche.** Il s'agit essentiellement d'un précipité de phosphate de fer(III). Il est donc nécessaire de déterminer la teneur globale d'un vin en ions fer(II) et ions fer(III) afin de savoir si ce vin présente ou non un risque de casse ferrique. L'élément fer provient du raisin et principalement des parties métalliques du matériel utilisé lors de la vinification (vendange, pressurage et filtration).

**2. Principe du dosage**

Une solution contenant des ions fer(III)  $\text{Fe}^{3+}$  devient rouge lorsque l'on ajoute une solution de thiocyanate de potassium (en milieu acide) et **l'intensité de la coloration dépend de la concentration en ions  $\text{Fe}^{3+}$ .**

A partir de solutions de concentration en ions fer(III) connu nous allons donc pouvoir réaliser une échelle de teinte et **pour déterminer la concentration en ions fer(III) dans un vin, on comparera la teinte rouge obtenue en versant une solution de thiocyanate de potassium dans le vin à l'échelle de teinte.**

**3. Réalisation de l'échelle de teintes :**

- Mettre un verre à pieds sous la burette
- Introduire dans la burette, après l'avoir rincée, la solution d'ions fer(III) de concentration  **$3,6 \cdot 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$** . Vérifier qu'il n'y ai pas de bulle sous le robinet et ajuster correctement le zéro.
- Dans 9 tubes à essais préparer 10 mL de chaque solution étalon d'ions fer(III) **par dilution** de la solution mère de fer(III) de concentration molaire  **$C_0 = 3,6 \cdot 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$** .
- Les différents volumes de solution mère et d'eau distillée à verser sont inscrits dans le tableau suivant et l'on prélèvera les différents volumes d'eau distillée à l'aide d'une pipette graduée

| Numéro de solution   | 0    | 1   | 2   | 3   | 4   | 5   | 6   | 7   | 8    |
|--|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------|
| Volume de solution mère (mL)<br>Solution d'ion fer(III)                      | 0    | 1,0 | 2,0 | 3,0 | 4,0 | 5,0 | 6,0 | 8,0 | 10,0 |
| Volume d'eau distillée(mL)   | 10,0 | 9,0 | 8,0 | 7,0 | 6,0 | 5,0 | 4,0 | 2,0 | 0    |
| Concentration en ion fer(III)<br>$\text{Fe}^{3+}$ ( $\mu\text{mol.L}^{-1}$ ) | 0    | 36  |     | 108 | 144 | 180 | 216 | 288 | 360  |

- Ajouter, **AVEC PRECAUTION**, dans chaque tube à essais 1,0 mL d'acide chlorhydrique de concentration molaire  $6,0 \text{ mol.L}^{-1}$  à l'aide de la burette présente sous la hotte
- Ajouter, dans chaque tube à essais 1,0 mL de solution de thiocyanate de potassium de concentration molaire  $2,0 \text{ mol.L}^{-1}$  à l'aide de la pipette graduée.
- Agiter chaque tube.

- Calculer la concentration molaire de la solution n°2 afin de compléter le tableau.

**4. Préparation du vin**

Le vin contient l'élément fer sous forme d'ions fer(II) et d'ions fer(III). Afin de n'avoir en solution que des ions fer(III), on ajoute au vin de l'eau oxygénée qui oxyde les ions Fer(II) en ions fer(III)

- Dans un tube à essais identique aux autres introduire :
  - 10,0 mL de vin blanc à l'aide de la pipette graduée (après l'avoir rincée)
  - 1,0 mL d'acide chlorhydrique de concentration molaire  $6,0 \text{ mol.L}^{-1}$  (**AVEC PRECAUTION !**)
  - 2 gouttes d'eau oxygénée à 20 volumes. Agiter
  - 1,0 mL de solution de thiocyanate de potassium à  $2,00 \text{ mol.L}^{-1}$
  - Agiter de nouveau

- En comparant à l'échelle de teintes, déterminer un encadrement de la concentration molaire de l'élément fer dans le vin.

## II. Dosage des ions fer par spectrophotométrie

### 1. Qu'est ce que l'absorbance ?

Une solution est colorée si elle absorbe certaines radiations du spectre de la lumière blanche.

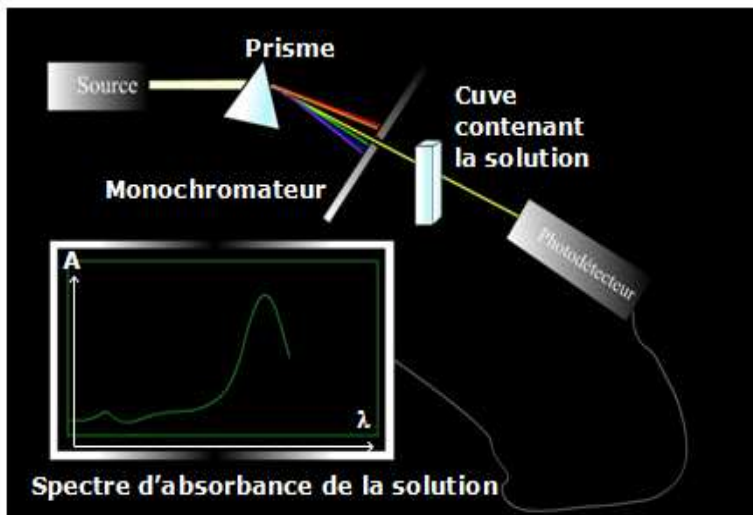
Lorsqu'un faisceau parallèle de lumière monochromatique traverse un milieu absorbant, une partie de la lumière est absorbée et l'autre est transmise.

**L'absorbance A d'une solution est une grandeur qui caractérise le degré d'absorption d'une radiation lumineuse monochromatique par une solution colorée.**

### 2. Comment mesurer l'absorbance d'une solution ?

On mesure l'absorbance d'une solution à l'aide d'un spectrophotomètre ou d'un colorimètre

Le document présente les principaux organes d'un spectrophotomètre :



- Une source de lumière blanche
- Un **prisme et un monochromateur**, permettant de disperser la lumière blanche et de sélectionner un faisceau monochromatique de longueur d'onde réglable
- Une cuve contenant l'échantillon étudié
- Un photodétecteur qui convertit l'intensité lumineuse transmise en un signal électrique
- le signal électrique est ensuite traité et fournit la grandeur mesurée : **l'absorbance.**

L'absorbance A d'un échantillon mesurée par un spectrophotomètre dépend entre autre **de la concentration de l'entité chimique responsable de la couleur.**

### 3. La loi de Beer-Lambert

**L'absorbance d'une solution diluée contenant une espèce colorée est proportionnelle à la concentration molaire C de cette espèce :**

$$A(\lambda) = k \times C \quad \left\{ \begin{array}{l} A : \text{absorbance (sans unité)} \\ C : \text{concentration (mol.L}^{-1}\text{)} \\ k : \text{constante} \end{array} \right.$$

### 4. Principe du dosage

Le principe de cette mesure par étalonnage consiste à mesurer l'absorbance A de la solution inconnue à l'aide d'un spectrophotomètre ou d'un colorimètre, puis de la comparer à une courbe d'étalonnage représentant l'absorbance en fonction de la concentration, on en déduit alors la concentration de la solution inconnue.

### 5. Réalisation des mesures et interprétation

- A l'aide du colorimètre, mesurer l'absorbance  $A_{\text{vin}}$  de l'échantillon de vin pour la longueur d'onde  $\lambda = 470 \text{ nm}$ .

- Déterminer la concentration des ions Fer(III) dans le vin en comparant la valeur de l'absorbance mesurée,  $A_{\text{vin}}$ , à la courbe d'étalonnage ci-contre (représentant l'absorbance en fonction de la concentration, réalisée en mesurant l'absorbance des solutions préparées précédemment pour l'échelle de teinte).
- Ce vin risque-t-il la casse ferrique ?

