

Corrigé TP6 Dosage Spectro $Ni(Net)_6^{2+}$

1) $m = M \times n = M \times V = (M_{Ni} + nS + 10nO + 12nH) \times V$
 $= (58,7 + 32,1 + 10 \times 16,0 + 12 \times 1,0) \times 0,125 \times 100 \cdot 10^{-3}$
 $= 3,28 \text{ g}$ ($M = 262,8 \text{ g/mol}$)

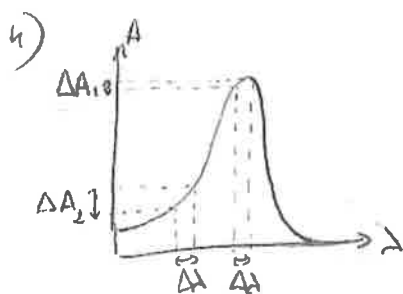
↳ 3,28 g de $(NiSO_4, 6H_2O)$ sont pesés puis transférés quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml qui est complétée au trait de jauge avec de l'eau distillée.

2) $\begin{array}{c} I_{0\lambda} \\ \downarrow \\ \boxed{\text{cuvette}} \\ \uparrow \\ I_{t\lambda} \end{array} \quad A_\lambda = \log \frac{I_{0\lambda}}{I_{t\lambda}} = \log \frac{1}{T_\lambda} \quad \text{avec} \quad T_\lambda = \frac{I_{t\lambda}}{I_{0\lambda}} \quad (\text{en \%})$
(sans unité)

spectre d'absorption : $A = f(\lambda)$

3) Spectre d'absorption tracé avec un spectrophotomètre UV-Visible.

↳ faire le "blanc" → enregistrer le spectre avec une cuve qui contient le solvant (eau ici) (+ toute autre espèce présente excepté le composé d'intérêt) pour retirer sa contribution au spectre final (réglage du "zéro") pour s'affranchir de leur absorbance (et de la réflexion de la cuve) qui perturberait les calculs ultérieurs.



$$A = \epsilon_\lambda \cdot c$$

se placer à λ_{max} pour :

↳ augmenter la sensibilité = $\frac{dA}{dc} = \epsilon_\lambda$ avec ϵ_λ coefficient d'absorption molaire maximal à λ_{max}

↳ minimiser l'incertitude ΔA qui est maximale pour λ_{max} avec une incertitude $\Delta \lambda$ donnée du spectrophotomètre

$$5) \frac{C_m}{C_f} = \frac{0,125}{0,05} = 2,5$$

↳ dilution au 2,5^{ème}

$$\frac{C_m}{C_f} = \frac{0,125}{0,025} = 5$$

↳ dilution au 5^{ème}

$$\frac{C_m}{C_f} = \frac{0,125}{0,0125} = 10$$

↳ dilution au 10^{ème}

avec $V_m C_m = V_f C_f$

$$\Leftrightarrow V_m = V_f \times \frac{C_f}{C_m}$$

$$C_m = C_{\text{mère}} = 0,125 \text{ mol/L}$$

$$C_f = C_{\text{fille}}$$

$$V_m = V_{\text{mère}} \text{ à prélever}$$

$$V_f = V_{\text{fille}} = 50 \text{ ml}$$

⇒ Pour obtenir 50ml de solution à 0,05 mol/L, il faut prélever $50 \times \frac{1}{2,5} = 20 \text{ ml}$ à l'aide d'une pipette jaugée de la solution mère à 0,125 mol/L et les ajouter dans une fiole jaugée de 50ml qui sera complétée au trait de jauge par de l'eau distillée

De même pour 0,025 mol/L ⇒ prélever $50 \times \frac{1}{5} = 10 \text{ ml}$

0,0125 mol/L ⇒ prélever $50 \times \frac{1}{10} = 5 \text{ ml}$

$$6) \quad A_\lambda = \epsilon_\lambda l c$$

(loi additive)

A_λ = absorbance à λ .

c = concentration (mol/L)

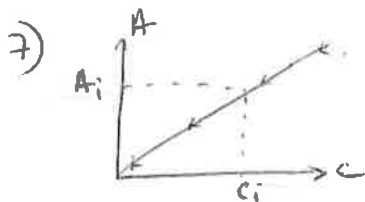
l = longueur cure (cm)

ϵ_λ = coefficient d'absorption molaire (L.mol⁻¹.cm⁻¹) à λ .

↳ valable que en solution diluée. sinon problèmes de non linéarité:

↳ formation d'agréats à haute concentration qui absorbent différemment (+ problèmes de diffusion)

↳ sensibilité du détecteur limitée à haute concentration car intensité transmise trop faible = le spectro "sature" ($A > 2$)



tracé de $A = f(c)$ avec concentrations connues = droite d'étalonnage puis mesure de A_i = Absorbance de la solution de concentration inconnue c_i puis détermination de c_i par report du point sur la droite

$$8) \quad c_0 = \frac{m}{M \cdot V} \quad \left(\Rightarrow u(c_0) = c_0 \sqrt{\left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(V)}{V}\right)^2} \right) \quad (M \text{ constante}).$$

calculé avec GUN

précision fiole jaugée = $\pm 0,2 \text{ mL}$ $\Rightarrow u(V) = \frac{0,2}{\sqrt{3}} \text{ mL}$
de 100 mL

précision relative de la balance = 2% \Rightarrow précision = $0,02 \times m \Rightarrow u(m) = \frac{0,02 \times m}{\sqrt{3}}$

$\Rightarrow u(c_0) = 0,0015 \text{ mol/L}$

$\hookrightarrow c_0 = 0,1248 \pm 0,0015 \text{ mol/L}$

9) $\lambda_{\text{max}} = 720 \text{ nm}$

\hookrightarrow absorption dans le rouge \Rightarrow la solution apparaît de la couleur complémentaire = vert

b) $c_f = \frac{c_0 V_{\text{pipette}}}{V_{\text{fiole}}}$ avec c_0 = concentration mère et c_f = c fille diluée.

(GUN = calcul de $u(c_f) = c_f \times \sqrt{\left(\frac{u(c_0)}{c_0}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{\text{pipette}})}{V_{\text{pipette}}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{\text{fiole}})}{V_{\text{fiole}}}\right)^2}$)

avec $u(c_0) = 1,5 \cdot 10^{-3} \text{ mol/L}$ $u(V_{\text{pipette}}) = \frac{\text{précision pipette}}{\sqrt{3}}$ $u(V_{\text{fiole}}) = \frac{\text{précision fiole}}{\sqrt{3}}$

\Rightarrow

C (mol/L)	0,1248	0,050	0,025	0,0125
$u(C)$ (mol/L)	0,0015			

\leftarrow A calculer avec GUN

(ajout de barres d'erreur 2u sur les points liés)

11) $A = f(c) = \text{droite} \Rightarrow$ domaine de linéarité dans cette gamme de concentration = Beer Lambert valable.

$\hookrightarrow E_{\lambda_{\text{max}}} = \text{pente de la droite} = 2,42 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ pour longueur de cuve = 1 cm

12) $A_i = 0,178 \Rightarrow c_i = 7,36 \cdot 10^{-2} \text{ mol/L} = \frac{A_i}{E \cdot l} \hat{=} \lambda_{\text{max}}$