

Corrigé TP6 Dosage Spectro $\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6^{2+}$

$$1) \underline{m = M \times n = M_C V} = (M_{\text{Ni}} + n_{\text{S}} + 10n_{\text{O}} + 12n_{\text{H}}) \times V \\ = (58,7 + 32,1 + 10 \times 16,0 + 12 \times 1,0) \times 0,125 \times 100 \cdot 10^{-3} \\ = 3,28 \text{ g} \quad (\text{M} = 262,8 \text{ g/mol})$$

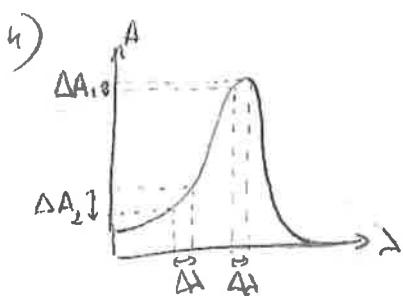
Les 3,28 g de ($\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6^{2+}$) sont pesés puis transférés quantitativement dans une flacon jaugeé de 100 ml qui est complétée au trait de jauge avec de l'eau distillée.

$$2) \frac{I_{0\lambda}}{I_{t\lambda}} \rightarrow A_{\lambda} = \log \left[\frac{I_{0\lambda}}{I_{t\lambda}} \right] = \log \left[\frac{1}{T_{\lambda}} \right] \quad \text{avec } T_{\lambda} = \frac{I_{t\lambda}}{I_{0\lambda}} \quad (\text{en \%})$$

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

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

Les faire le "blanc" \rightarrow 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.



se placer à λ_{max} pour :

Les augmenter la sensibilité $= \frac{dA}{dc} = \epsilon E_{\lambda}$ avec E_{λ} coefficient d'absorption molaire maximal à λ_{max}

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

$$A = \epsilon \cdot E_{\lambda} \cdot c$$

(1)

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

\hookrightarrow dilution au 2,5ème

$$\text{avec } V_m C_m = V_f C_f$$

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

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

\hookrightarrow dilution au 5ème

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

\hookrightarrow dilution au 10ème

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

$$C_f = C_{fille}$$

$$V_m = V_{mère} \text{ à prélever}$$

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

\Rightarrow 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 avec trait de jauge par de l'eau distillée

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

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

$$6) A_\lambda = E_\lambda l c$$

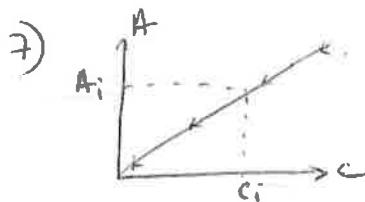
(loi additive)

A_λ = absorbance à λ . c = concentration (mol/L)
 l = longueur cuve (cm) E_λ = coefficient d'absorption molaire
 $(\text{L mol}^{-1} \text{cm}^{-1})$. à λ .

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

\hookrightarrow formation d'agrégrats à haute concentration qui absorbent différemment (+ problèmes de diffusion)

\hookrightarrow 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'étalementage 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

(2)

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

calculé avec GUN

$$\text{précision fièle mesurée} = \pm 0,2 \text{ mL} \Rightarrow u(V) = \frac{0,2}{\sqrt{3}} \text{ mL}$$

de 100 mL

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

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

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

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

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

$$10) \quad c_f = \frac{c_0 V_{\text{pipette}}}{V_{\text{fièle}}} \quad \text{avec } c_0 = \text{concentration mère et } c_f = \text{c filière diluée.}$$

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

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

c	0,1248	0,050	0,025	0,0125
$u(c)$	0,0015			

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

← à calculer avec GUN

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

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

pour longueur de cuve = 1 cm

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

(3)