

ANALYSE DE SOLUTIONS COLORÉES

TECHNIQUE DE SPECTROPHOTOMÉTRIE

Objectifs :

- x Mettre en œuvre l'ensemble des manipulations nécessaires à l'analyse d'une solution inconnue par spectrophotométrie.
- x Établir et exploiter la loi de Beer-Lambert

ATTENTION : L'ENSEMBLE DES SOLUTIONS PRÉPARÉES DANS CETTE ACTIVITÉ DEVRONT L'ÊTRE AVEC LA PLUS GRANDE PRÉCISION OFFERTE PAR LA VERRERIE UTILISÉE.


1. SOLUTION INCONNUE - SOLUTION ANTISEPTIQUE DE DAKIN

Le Dakin est une solution antiseptique d'hypochlorite de sodium (eau de Javel) stabilisé entre autres par du permanganate de potassium ($K_{(aq)}^+ + MnO_{4(aq)}^-$).

La notice annonce une teneur en permanganate de potassium de **0,0010 g pour 100 mL**.

La masse molaire du permanganate de potassium est $M(KMnO_4) = 158,0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$.

On cherche à vérifier l'indication donnée par la notice par une technique de **SPECTROPHOTOMÉTRIE**.

	SOLUTE DE DAKIN STABILISÉ COOPER
	COMPOSITION
	<i>Principes actifs</i> Hypochlorite de sodium0,500 g de chlore actif pour 100 mL
	<i>Principes non actifs</i> Permanganate de Potassium0,0010g pour 100 mL Dihydrogénophosphate de sodium dihydratéExcipient Eau purifiée.....Excipient
	INDICATIONS THERAPEUTIQUES : Antiseptique local préconisé dans l'antiseptie de la peau, des muqueuses et des plaies. Usage externe.
MODE D'EMPLOI Posologie habituelle : en application cutanée sans dilution, soit en lavages, en bains locaux ou en irrigation, soit en compresses imbibées ou en pansements humides. Les flacons doivent être conservés fermés dans des endroits frais et à l'abri de la lumière. Une fois ouvert, la stabilité du soluté est réduite à deux mois.	

2. PRINCIPE DE LA SPECTROPHOTOMÉTRIE

1. Principe général - Absorbance d'un échantillon

La spectrophotométrie exploite les propriétés des espèces chimiques colorées en solution. Quelques phénomènes ont déjà été observés, dont le spectre d'absorption d'une solution de permanganate de potassium.

On peut constater qualitativement que plus la solution de permanganate est concentrée, plus l'absorption est marquée. L'objectif de la spectrophotométrie est **de relier l'absorption observée à la concentration de la solution** en espèce chimique colorée.

Un spectrophotomètre se compose d'une source de lumière blanche couplée à un **monochromateur** {prisme ou réseau + fente} et d'un système de mesure de l'intensité lumineuse. Le monochromateur permet de sélectionner la longueur d'onde λ de travail. L'appareil mesure l'intensité lumineuse en deux points :

- x Avant traversée de l'échantillon : I_0 .
- x Après traversée de l'échantillon : I .

L'**absorbance A** est calculée par : $A = \log\left(\frac{I_0}{I}\right)$.

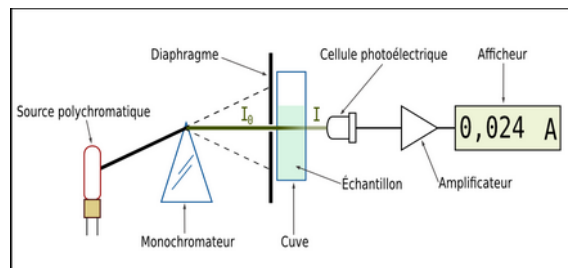


Illustration 1 : Schéma de principe d'un spectrophotomètre



Photo 1 : Spectre d'absorption d'une solution de permanganate avec absence de la bande verte du spectre.

2. Spectre d'absorption

La mesure de l'absorbance **A** sur toute la gamme de longueurs d'onde du spectre visible permet de tracer le **spectre d'absorption** de l'espèce chimique étudiée.

Ci-contre celui du permanganate qui montre un pic d'absorption nettement visible dans le domaine du vert.

LE PIC D'ABSORPTION DÉTERMINE LA LONGUEUR D'ONDE À LAQUELLE SE PLACER POUR ÉTUDIER L'ESPÈCE CHIMIQUE CONCERNÉE.

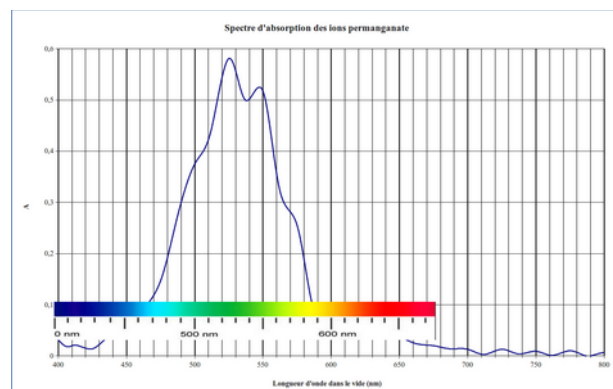


Illustration 2 : Spectre d'absorption des ions permanganate

3. ABSORBANCE ET CONCENTRATION - LOI DE BEER-LAMBERT

Comment relier l'absorbance de la solution de Dakin à sa concentration en permanganate de potassium ?

Vous effectuerez toutes les préparations et mesures nécessaires au tracé de la représentation graphique des variations de l'absorbance en fonction de la concentration molaire en permanganate $C(\text{KMnO}_4)$.

La modélisation de cette relation constituera la loi de Beer-Lambert.

1. Préparation de solutions filles par dilution de la solution mère

Afin d'obtenir plusieurs mesures d'absorbances pour différentes concentrations, on prépare des solutions diluées (**solutions filles**) de permanganate de potassium à partir d'une solution mère de concentration $C_0 = 1,0 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. Chaque solution fille a un volume $V_{\text{fille}} = 100,0 \text{ mL}$ et les concentrations sont données ci-dessous.

N° solution	1	2	3	4	5	6
$C_i (\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	$1,00 \times 10^{-4}$	$7,00 \times 10^{-5}$	$5,00 \times 10^{-5}$	$3,00 \times 10^{-5}$	$2,00 \times 10^{-5}$	$1,00 \times 10^{-5}$

1. Proposez une démarche pour préparer l'une de ces solutions à partir de la solution mère.

On définit le facteur de dilution comme le rapport de la concentration de la solution mère sur celle de la so-

lution fille : $f = \frac{C_0}{C_{\text{fille}}}$.

2. Complétez l'avant-dernière ligne du tableau ci-dessous.

N° solution	1	2	3	4	5	6
$C_{\text{fille}} (\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	$1,00 \times 10^{-4}$	$7,00 \times 10^{-5}$	$5,00 \times 10^{-5}$	$3,00 \times 10^{-5}$	$2,00 \times 10^{-5}$	$1,00 \times 10^{-5}$
f						
$V_{\text{mère}}$ (à prélever)						

3. À partir des réponses aux questions 1 et 2, trouvez une relation permettant de calculer le volume V de solution mère à prélever en fonction du volume de solution fille V_{fille} à préparer et du facteur de dilution f .

4. Complétez la dernière ligne du tableau précédent. Après avoir indiqué quelle verrerie vous utiliserez, procédez à la fabrication des solutions filles. Versez chacune des solutions dans un bécher, marqué avec la valeur de la concentration en permanganate de potassium.

2. Mesure de l'absorbance de chaque solution et loi de Beer-Lambert

1. Le colorimètre

L'absorbance de chaque solution est réalisée à l'aide d'un colorimètre.

La longueur d'onde de travail doit correspondre à un pic d'absorption caractéristique de l'espèce chimique étudiée.

En analysant le spectre d'absorption des ions permanganate, indiquez quel filtre coloré vous allez choisir pour mener l'expérience.

Pour effectuer une mesure :

1. Sélectionner le mode **Absorbance** avec la touche **(1)**.
2. Sélectionner la longueur d'onde de travail **(5)**.
3. Placer une cuve d'eau distillée et presser la touche **R (2)** pour « faire le blanc ».
4. Placer la cuver contenant la solution à mesurer et presser **T (4)** pour lire l'absorbance.



1. Choix du mode de fonctionnement : Absorbance / Transmittance
2. Réglage de la référence, réglage du blanc (en insérant une cuve avec le solvant utilisé)
3. Échantillon
4. Lancement de la mesure
5. Sélection de la longueur d'onde de travail (filtre coloré)

Photo 2: Principales fonctions du colorimètre

2. Mesures et établissement de la loi de Beer-Lambert

Complétez le tableau ci-dessous en réalisant les mesures d'absorbances des solutions préparées.

N° solution	1	2	3	4	5	6
$C_{\text{file}} \text{ (mol.L}^{-1}\text{)}$	$1,00 \times 10^{-4}$	$7,00 \times 10^{-5}$	$5,00 \times 10^{-5}$	$3,00 \times 10^{-5}$	$2,00 \times 10^{-5}$	$1,00 \times 10^{-5}$
A						

1. En analysant les variations de l'absorbance en fonction de la concentration, faites une hypothèse sur la relation mathématique entre **A** et $C(\text{KMnO}_4)$.
2. Traitement des mesures : deux variantes vous sont proposées
 - a. Accédez au Notebook Python (code : **eb3a-200390**) mis à votre disposition dans l'ENT via l'application *Capytale* et complétez-le afin d'obtenir la relation entre l'absorbance et la concentration dans le cas du permanganate de potassium.
 - b. Entrez les mesures dans une feuille de calcul Libre Office afin de représenter les variations de A en fonction de la concentration molaire en ions permanganate, puis d'obtenir l'équation de la fonction modélisant ces variations.
3. Notez l'équation de la représentation graphique. Elle constitue la loi de Beer-Lambert pour le permanganate.

4. RETOUR SUR LA SOLUTION DE DAKIN

Mesurez l'absorbance de la solution de Dakin et déduisez-en sa concentration molaire en ions permanganate $C_{\text{mesuré}}$.

Est-elle en accord avec l'indication de l'étiquette ?

En l'absence d'un calcul d'incertitude complet, qui sera abordé en classe, vous calculerez l'écart relatif entre votre mesure et l'indication du fabricant :

$$e = \frac{|C_{\text{notice}} - C_{\text{mesuré}}|}{C_{\text{notice}}} \times 100$$