

Matériel :

- Une balance électronique, un spectrophotomètre, solution de chlorure de fer III (0,1 mol / L), solution de thiocyanate de potassium (0,1 mol / L), de l'acide sulfurique (2 mol / L), de l'eau oxygénée (20 volumes), sel de Mohr, solution de thiocyanate de potassium (2 mol / L).
- Six fioles jaugées de 50 mL, une fiole jaugée de 100 mL ; une burette de Mohr, deux râteliers de tubes à essais, des marqueurs, des tubes pour le spectrophotomètre, des petites seringues, erlenmeyers,

I- Dosage de l'élément fer dans le vin.**1)- Introduction.**

- La plupart des vins contiennent l'élément fer essentiellement sous la forme d'ion fer II (Fe^{2+}). Ce fer provient principalement du matériel utilisé lors de la vinification (vendanges, pressurage, filtrage). Un excès de fer provoque la « casse ferrique » : le vin est alors trouble.
- Le titre massique en élément fer dépasse rarement 25 mg / L. On va effectuer un dosage colorimétrique grâce à une échelle des teintes puis à l'aide d'un spectrophotomètre.

2)- Tests préliminaires.**a)- Manipulation 1.**

- Dans un tube à essais,
- Verser 1 mL de la solution de chlorure de fer III,
- Ajouter deux à trois gouttes de la solution de thiocyanate de potassium
- Schémas, observations. Il se forme le complexe : $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$. Donner sa teinte et écrire l'équation de la réaction chimique.

b)- Manipulation 2.

- Dans un tube à essais,
- Introduire une pointe de spatule de sel de Mohr*,
- Un peu d'eau distillée, agiter pour obtenir une solution limpide,
- Ajouter alors deux à trois gouttes de la solution de thiocyanate de potassium.
- Schémas, observations. Observe-t-on la formation d'un complexe coloré ?
- Séparer en deux parties égales,

- Ajouter dans un des tubes à essais 2 mL d'acide sulfurique et 2 mL d'eau oxygénée.
- Schémas, observations. Interpréter. Pourquoi a-t-on ajouté de l'acide sulfurique et de l'eau oxygénée ?
- Écrire l'équation de la réaction d'oxydoréduction. Comment peut-on mettre en évidence la présence des ions fer **III** dans une solution ?
- Remarque : cette réaction va être utilisée pour doser l'élément fer dans le vin. Le vin contenant des ions fer II et des ions fer III, on va, dans un premier temps oxyder les ions fer II en ions fer III, puis complexer les ions fer III par les ions thiocyanate.
- **Additif** * : le sel de Mohr du commerce est un corps cristallisé de formule : **$\text{FeSO}_4, (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4, 6 \text{H}_2\text{O}$** . La solution aqueuse contient les ions fer II (Fe^{2+}), les ions sulfate (SO_4^{2-}) et les ions ammonium (NH_4^+).

II- Dosage colorimétrique de l'élément fer dans le vin blanc, rouge ou rosé.

1)- Manipulation 1 : préparation de la solution de vin blanc.

- Dans un erlenmeyer (250 mL)
- Introduire 25 mL de vin blanc, rouge ou rosé,
- Ajouter deux à trois spatules de noir de carbone. Boucher, agiter vigoureusement et laisser reposer quelques minutes.
- Filtrer. La solution obtenue doit être limpide.

2)- Préparation de l'échelle des teintes.

- Les solutions de l'échelle des teintes auront des titres massiques, en élément fer, compris entre 2 mg / L et 20 mg / L.

a)- Préparation de la solution mère : préparer à partir du sel de Mohr, 100 mL d'une solution dont le titre massique en ion fer II est de 1 g / L.

- Déterminer la masse de sel de Mohr nécessaire à la préparation de la solution.
- Indiquer le matériel nécessaire à la préparation ainsi que le mode opératoire.

b)- Préparation des différentes solutions.

- Prévoir six fioles jaugées de 50 mL que l'on numérote de un à six.
- Remplir une burette de Mohr de la solution mère de sel de Mohr.
- Verser 1 mL de solution mère dans la fiole jaugée N° 1,
- Verser 2 mL de solution mère dans la fiole jaugée N° 2,
- Verser 4 mL de solution mère dans la fiole jaugée N° 3,
- Verser 6 mL de solution mère dans la fiole jaugée N° 4,

- Verser 8 mL de solution mère dans la fiole jaugée N° 5,
- Verser 10 mL de solution mère dans la fiole jaugée N° 6.
- Compléter chaque fiole avec de l'eau distillée.
- Donner le titre massique des différentes solutions préparées.

c)- **Réalisation de l'échelle des teintes.**

- Prévoir sept tubes à essais (20) propres et identiques que l'on numérote de un à sept.
- Introduire dans les six premiers tubes :
 - 10 mL de chaque solution
 - 1 mL de la solution de thiocyanate de potassium à 2 mol / L,
 - 2 mL d'acide sulfurique à 2 mol / L,
 - 2 mL d'eau oxygénée à 20 volumes,
- Placer des tubes dans l'ordre. Quelles remarques peut-on faire ?

- Dans le septième tube, introduire :
 - 10 mL de filtrat de vin
 - 1 mL de la solution de thiocyanate de potassium à 2 mol / L,
 - 2 mL d'acide sulfurique à 2 mol / L,
 - 2 mL d'eau oxygénée à 20 volumes,
- Attendre cinq minutes.
- Comparer alors la teinte obtenue à celle des solutions étalons et en déduire la valeur approchée (ou un encadrement) de la concentration du vin étudié en élément fer.

III- Dosage de l'élément fer à l'aide du spectrophotomètre.

1)- **Mesures.**

- Régler la longueur d'onde de la lumière monochromatique. Afficher la valeur : $\lambda = 480 \text{ nm}$.
- Mesurer l'absorbance A des différentes solutions.

2)- **Exploitation.**

- Tracer la courbe $A = f(C)$ ou $A = f(t_m)$.
- Remarques. Conclusion.
- En déduire la concentration et le titre massique en élément fer de l'échantillon testé.