

TP CHIMIE NIVEAU TS :

SPECTROPHOMETRIE

OBJECTIFS DU TP :

- Savoir utiliser, à une longueur d'onde donnée, la relation entre la concentration d'une espèce colorée en solution et l'absorbance.
- A partir de mesures expérimentales et du tableau descriptif de l'évolution du système, représenter, en fonction du temps, la variation des quantités de matière ou des concentrations d'un réactif ou d'un produit et de l'avancement de réaction.
- Ecrire l'équation de la réaction associée à une transformation d'oxydoréduction et identifier dans cette équation les deux couples mis en jeu.
- Déterminer le temps de demi-réaction à l'aide de données expérimentales ou en exploitant des résultats expérimentaux.

COMPETENCES MISES EN JEU :

- Comprendre et utiliser un nouvel appareil : le spectrophotomètre
- Comprendre le phénomène physique permettant de suivre cinétiquement une transformation.
- Réinvestir ses savoirs et savoir-faire
 - o pour élaborer un protocole expérimental
 - o pour exploiter les résultats
 - o pour répondre à des problèmes

TEMPS DISPONIBLE : 2H

DOCUMENTS A DISPOSITION

- Enonce du TP
- fiche sécurité diode

DEROULEMENT DE LA SEANCE

- Groupe de 18 étudiants -9 à 10 paillasse – salle de travaux pratiques - (Laboratoires)

- L'étudiant possède une feuille dite de recherche qui va lui permettre de préparer ultérieurement son compte rendu. Séparée en deux colonnes par exemple la colonne de droite est réservée au professeur pour des indications, des validations ou pas d'hypothèses et des indices supplémentaires selon l'avancée des groupes.

ENONCE

Introduction :

Vous disposez d'un appareil appelé spectrophotomètre et de cuves spécifiques permettant de mesurer l'absorbance notée A d'une solution. A votre niveau, l'absorbance est la capacité d'une solution à absorber les rayonnements à différentes longueurs d'onde.

Partie 1 :

L'absorbance A d'une solution colorée diluée homogène, isotrope, non turbide...) est en relation simple avec la concentration effective c de l'espèce chimique qui colore la solution: la relation entre A et c est modélisée par **la loi de Beer-Lambert**.

Vous disposez du spectrophotomètre, d'une solution mère de diode S_0 de concentration molaire $C_0 = 4,0 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$ et de toute la verrerie nécessaire pour réaliser des dilutions.

Problème :

Comment pourriez-vous vérifier la loi de Beer-Lambert qui a pour expression :

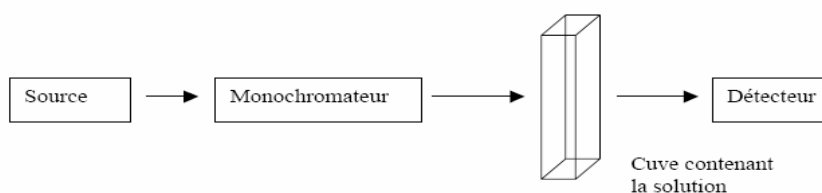
$A(\lambda, T, \text{solvant}) = K \times c$ à partir de mesures expérimentales ?

Remarque : c est la concentration effective de l'espèce en solution en mol.L^{-1} , K est une constante homogène exprimée en $\text{L} \times \text{mol}^{-1}$ (dépendant de la nature de l'espèce en solution, de la longueur d'onde et de la longueur de la cuve).

Informations

1- Principe du spectrophotomètre

Globalement, un spectrophotomètre est constitué de la réunion de 3 parties distinctes : la source lumineuse, le système dispersif (monochromateur) et le détecteur.



- A l'intérieur de celui-ci, non accessible, une source S éclaire un réseau qui disperse la lumière. Une fente F isole un faisceau pseudo-monochromatique. On peut positionner le réseau (voir réglages à effectuer sur le spectrophotomètre) de telle manière à ne sélectionner qu'une seule longueur d'onde λ .
- Une ouverture accessible coulissante permet d'introduire (mettre uniquement les doigts sur les deux côtés striés de la cuve) une cuve transparente et de **dimension spécifique** sur le trajet du faisceau. Celui-ci va donc traverser la solution que l'on va introduire à l'intérieur.
- Un détecteur placé après la cuve (généralement une photodiode) permet de comparer les intensités lumineuses du faisceau avant et après le passage dans la solution.
- Le spectrophotomètre affiche alors après calcul **l'absorbance notée A de la solution**, après passage d'un blanc...
- Si vous gardez la même cuve, veillez à bien les rincer et à effectuer vos manipulations de la solution la moins concentrée vers la solution la plus concentrée.

2- Réglage du spectrophotomètre

- La longueur d'onde de travail choisie et appropriée à l'espèce colorée en solution sera égale à : $\lambda = 480 \text{ nm}$.
- Pour une solution de référence (ou "blanc") (eau distillée) : fixer $A = 0$.
 - 1) Mettre sous tension, laisser dérouler le test ; « **ABS** » s'inscrit. Dans le cas contraire, déroulez le menu à l'aide du bouton **fonction** :
 - 2) Appuyer sur le bouton « **O** » : une longueur d'onde s'affiche. Pour la modifier :
 - o Sélectionner le 1^{er} chiffre en appuyant sur le **2^{ième} bouton** ; il clignote ;
 - o Le modifier avec le **3^{ième} bouton**
 - o Sélectionner le 2^{ième} chiffre en appuyant sur le **1^{er} bouton** ; il clignote ;
 - o Le modifier avec le **3^{ième} bouton**
 - o Sélectionner le 3^{ième} chiffre en appuyant sur le **1^{er} bouton** ; il clignote ;
 - o Le modifier avec le **3^{ième} bouton**
 - 3) Validez avec le bouton « **O** »
 - 4) Placer la cuve contenant la solution de référence (le « Blanc ») dans son compartiment, fermer et tarer avec « **O** »
 - 5) Placer la cuve contenant la solution dont on veut connaître l'absorbance dans son compartiment, fermer et faites la lecture de **A**.

Feuille de recherche :

- Précisez votre raisonnement et les étapes que vous effectuerez pour vérifier la loi de Beer-Lambert ; d'ailleurs, en analysant la formule littérale traduisant la loi de Beer-Lambert, à quoi peut-on s'attendre ?
- Comment envisager par la suite à partir des mesures effectuées, une réponse « graphique » à ce problème ?

Partie 2 : une application à un suivi cinétique d'une transformation chimique

Lorsqu'on mélange une solution d'iodure de potassium incolore ($\text{K}^+_{(\text{aq})}$, $\text{I}^-_{(\text{aq})}$) à $5,0 \times 10^{-1} \text{ mol.L}^{-1}$ et une solution de peroxydisulfate de potassium ($2\text{K}^+_{(\text{aq})}$, $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}_{(\text{aq})}$) incolore à $8,0 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$: il se produit une transformation chimique assez lente dont la manifestation macroscopique est l'apparition d'une couleur brune expliquée par la formation de diiode. Au fur et à mesure du temps, il se forme de plus en plus de diiode en solution et celle-ci se colore de plus en plus.

On veut savoir comment varie la vitesse de cette transformation chimique au cours du temps du point de vue de la concentration de la solution en diiode.

Problème :

Comment réinvestir la partie 1 précédente afin de suivre cinétiquement cette transformation ?

Comment exploiter les résultats obtenus afin de décrire graphiquement l'évolution de la vitesse de la transformation ?

Informations

- o La transformation est terminée lorsque la valeur de l'absorbance ne varie (pratiquement) plus... à ce moment là, la concentration en diiode est maximale.... Vous pourrez alors en déduire la constante K vue en partie 1.
- o La transformation chimique est une transformation d'oxydoréduction : les couples mis en jeu sont : I_2 / I^- et $\text{SO}_4^{2-} / \text{S}_2\text{O}_8^{2-}$; les ions potassium ne réagissent pas.

Feuille de recherche

- Indiquez votre stratégie permettant de suivre cinétiquement cette transformation et quelle exploitation des résultats vous pouvez réaliser.

Compte rendu

Dans votre compte rendu, qui sera construit selon les points ci-dessous, vous joindrez votre feuille de recherche, les graphes tracés et annotés et vous préciserez :

- Au niveau sécurité s'il y a des précautions à respecter.
- Comment vous avez vérifié la loi de Beer-Lambert
- Dans la partie 2 :
 - toutes les étapes essentielles du protocole expérimental (volumes prélevés, mode opératoire....)
 - l'équation symbolisant la réaction chimique et le tableau d'avancement de cette réaction chimique
 - toutes les étapes du raisonnement pour exploiter vos résultats notamment de manière graphique
 - Quelle est la valeur du temps de demi-réaction de cette transformation ?

N'hésitez pas à approfondir vos réponses quand il y a lieu (validité d'une loi...)

Fiche sécurité que les étudiants doivent lire afin de surligner les informations importantes quant à la sécurité et aux précautions à prendre lors de la manipulation de ce produit chimique. L'essentiel doit être rappelé dans le compte rendu.

FICHE TOXICOLOGIQUE

FT 207

Iode

 I_2

Fiche établie par les services techniques et médicaux de l'INRS

Numéro CAS
7553-56-2

Numéro CE (EINECS)
231-442-4

Numéro Index
053-001-00-3

CARACTÉRISTIQUES

UTILISATIONS

- Fabrication de composés organiques ou minéraux, tels que des produits pharmaceutiques ou photographiques, des désinfectants et des colorants.
- Catalyseur en synthèse organique.
- Réactif de laboratoire.

PROPRIÉTÉS PHYSIQUES [1 à 4]

À la température ordinaire, l'iode est un solide cristallin d'un noir violet, présentant un éclat légèrement métallique et une odeur caractéristique. Il émet à chaud des vapeurs violettes.

L'iode est légèrement soluble dans l'eau, à raison de 0,293 g/l à 20 °C. Il se dissout plus facilement dans les solutions aqueuses d'iodures et dans de nombreux solvants organiques.

Ses principales caractéristiques physiques sont les suivantes.

Masse molaire	253,8
Point de fusion	113,6 °C
Point d'ébullition	184 °C
Densité (D ₂₀)	4,93
Densité de vapeur (air = 1)	9
Tensions de vapeur	0,0406 kPa à 25 °C 0,287 kPa à 50 °C 3,570 kPa à 90 °C
Coefficient de partage	log Pow = 2,49

PROPRIÉTÉS CHIMIQUES [1 à 5]

Bien que doué d'une activité chimique en général inférieure à celle des autres halogènes, l'iode peut se combiner directement à un grand nombre d'éléments.

Avec le phosphore, l'arsenic, l'antimoine, la réaction est très exothermique et susceptible de causer l'inflammation.

L'iode réagit lentement avec les métaux qui forment des iodures non volatils, à l'exception du cuivre et de l'argent qui sont attaqués immédiatement. La réaction est plus rapide avec les métaux tels que l'aluminium, le titane ou le zirconium qui forment des iodures volatils, en particulier lorsque ces métaux sont à l'état divisé.



Xn - Nocif **Xi - Dangereux pour l'environnement**

IODE

R 20/21 - Nocif par inhalation et par contact avec la peau.
 R 50 - Très toxique pour les organismes aquatiques.
 S 23 - Ne pas respirer les vapeurs/aérosols.
 S 25 - Éviter le contact avec les yeux.
 S 61 - Éviter le rejet dans l'environnement. Consulter les instructions spéciales/la fiche de données de sécurité.

231-442-4 - Étiquetage CE.

(*) Mise à jour partielle de l'édition 1987.

- En cas de projections cutanées, laver immédiatement à grande eau. Retirer les vêtements souillés. Consulter un médecin si des symptômes apparaissent.
- En cas de projections oculaires, laver immédiatement à grande eau pendant quinze minutes. Consulter un spécialiste.
- En cas d'ingestion, ne pas s'efforcer de faire vomir. Transférer immédiatement la victime en milieu hospitalier. Si le transfert doit être long, on pourra faire absorber au préalable 100 à 200 ml d'une solution aqueuse à 10 % de thiosulfate de sodium.

RECOMMANDATIONS

I. AU POINT DE VUE TECHNIQUE

Stockage

- Il s'effectuera dans des locaux bien ventilés, secs et frais, à l'abri de toute source d'ignition ou de chaleur et à l'écart des produits chimiques susceptibles de réagir avec l'iode.
- Les récipients seront soigneusement fermés et étiquetés.
- Des appareils de protection respiratoire isolants autonomes seront prévus à proximité des locaux pour les cas d'intervention d'urgence.

Manipulation

Les prescriptions relatives aux locaux de stockage sont applicables aux ateliers où est manipulé l'iode. En outre :

- Avertir le personnel des risques présentés par le produit, des précautions à observer et des mesures à prendre en cas d'accident.
- Éviter l'inhalation de poussières ou vapeurs. Dans ce but, effectuer en appareil clos toutes les opérations qui s'y prêtent. Lorsque ceci est techniquement impossible, prévoir une aspiration au poste de travail.
- Prévoir des appareils de protection respiratoire pour les travaux exceptionnels de courte durée et les interventions d'urgence.
- Procéder périodiquement à des contrôles d'atmosphère.
- Éviter le contact du produit avec la peau et les projections oculaires. Mettre à la disposition du personnel des vêtements de protection, des gants et des lunettes de sécurité.
- Ne pas fumer, boire ou manger dans les ateliers. Observer une hygiène corporelle et vestimentaire très stricte.
- Ne jamais procéder à des travaux sur et dans les cuves et réservoirs contenant ou ayant contenu de l'iode sans prendre les précautions d'usage [14].
- Éviter les rejets atmosphériques et aqueux pollués par l'iode.
- En cas de déversement accidentel, ventiler le local et récupérer le produit. Si le déversement est important, évacuer le personnel en ne faisant intervenir que des opérateurs munis d'un équipement de protection.

- Pour la décontamination des surfaces, on préconise l'emploi d'une solution de thiosulfate de sodium.
- Les déchets seront conservés dans des récipients étanches spécialement prévus à cet effet. Les éliminer dans les conditions autorisées par la réglementation (traitement dans l'entreprise ou dans un centre spécialisé).

II. AU POINT DE VUE MÉDICAL [10, 11]

- À l'embauchage, rechercher les atteintes respiratoires chroniques (asthme, bronchite, emphysème). L'exposition de personnes présentant des troubles des fonctions thyroïdiennes devra être discutée avec un spécialiste.
- En cas d'inhalation, retirer la victime de la zone polluée et la maintenir au repos. Si elle ne respire pas, entreprendre une ventilation assistée avec oxygénothérapie si possible. Dans tous les cas, transférer en milieu hospitalier.

BILAN

- Le TP comporte deux parties :
 - **La première partie** est une vérification non guidée de la loi de Beer-Lambert , c'est-à-dire que l'étudiant doit arriver à s'approprier cette loi de proportionnalité en comprenant qu'il faut fabriquer différentes solutions de concentrations différentes et mesurer leur absorbance. Il est en présence d'une fonction, linéaire mettant en évidence une proportionnalité entre les deux grandeurs.
 - **La deuxième partie** est un suivi cinétique d'une transformation chimique par spectrophotométrie. L'étudiant doit faire le lien avec la partie précédente, l'espèce chimique qui se forme étant identique. L'étudiant permet de réinvestir ses savoirs en cinétique notamment sur la notion de vitesse volumique d'une transformation. L'approche qualitative de la vitesse de la transformation demandée dans les programmes de terminale S actuels se résume à l'étude de graphe et aux pentes des tangentes en différents instants. La vitesse étant proportionnelle à la valeur de ces pentes, l'étudiant est en mesure de dire si la vitesse augmente, diminue ou est nulle à certains instants choisis de la réaction.
 - Le compte rendu est évalué, et peut être relevé à la prochaine séance ce qui permet un certain recul de l'étudiant mais aussi un travail de mise au propre de la feuille de chercheur et des notions plus approfondi et rigoureux pour celui-ci.

BIBLIOGRAPHIE

Plusieurs sources dont en particulier le document d'accompagnement (CNDP, décembre 2002- ISBN : 2-240-00785-0) rédigé par le groupe d'experts sur les programmes scolaires de physique-chimie :

Président Jacques TREINER

Dominique DAVOUS ; Manuel DUMONT ; Marie-Claude FÉORE ; Laure FORT ; Robert GLEIZE ; Marie-Blanche MAUHOURET ; Thérèse ZOBIRI

Coordination : Anne-Laure MONNIER bureau du contenu des enseignements (direction de l'enseignement scolaire)