

Etude du complexe $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$

Annabelle Peyronnet

31 mai 2022

Manip possibles : spectrophotométrie UV vis, traitement de données

Biblio : Grüber Manipulation 14 p.193

1 Protocole et théorie détaillée

Sécurité Chlorure de fer(III) corrosif, thiocyanate de potassium nocif

Préparation des solutions utilisées SOLUTION A : Introduire 32,4 g de FeCl_3 anhydre dans une fiole jaugée de 100 mL et la compléter à l'acide nitrique à 0,2 mol/L.

SOLUTION B : Introduire 19,4 mg de KSCN dans une fiole jaugée de 100 mL et compléter à l'eau distillée.

SOLUTION C : Introduire 324 mg de FeCl_3 anhydre dans une fiole jaugée de 100 mL et compléter à l'acide nitrique à 0,2 mol/L.

SOLUTION D : Introduire 73,3 mg de KSCN dans une fiole jaugée de 100 mL et compléter à l'eau distillée.

Détermination de la stoechiométrie du complexe par la méthode de Job Les volumes seront versés à l'aide d'une burette pour aller plus vite.

Protocole : Dans 10 béchers de 10 mL préparer les solutions 1 à 10.

Solution n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
V sol A (mL)	4	4	4	4	4	0,5	1	1,5	2	2,5
V sol B (mL)	0,5	1	1,5	2	2,5	4	4	4	4	4

TABLE 1 – Volumes à verser dans des béchers de 10 mL

Mesurer l'absorbance de la solution 4 entre 350 et 750 nm et trouver la longueur d'onde d'absorption maximale. Mesure l'absorption des autres solutions à cette longueur d'onde. *Il peut être utile de vérifier en traçant le spectre que l'acide nitrique n'absorbe pas dans le visible mais de toute façon on fait un blanc. On s'attend à un maximum vers 457 nm.*

Calculs Très bien faits dans le Grüber, voici un scan moins détaillé :

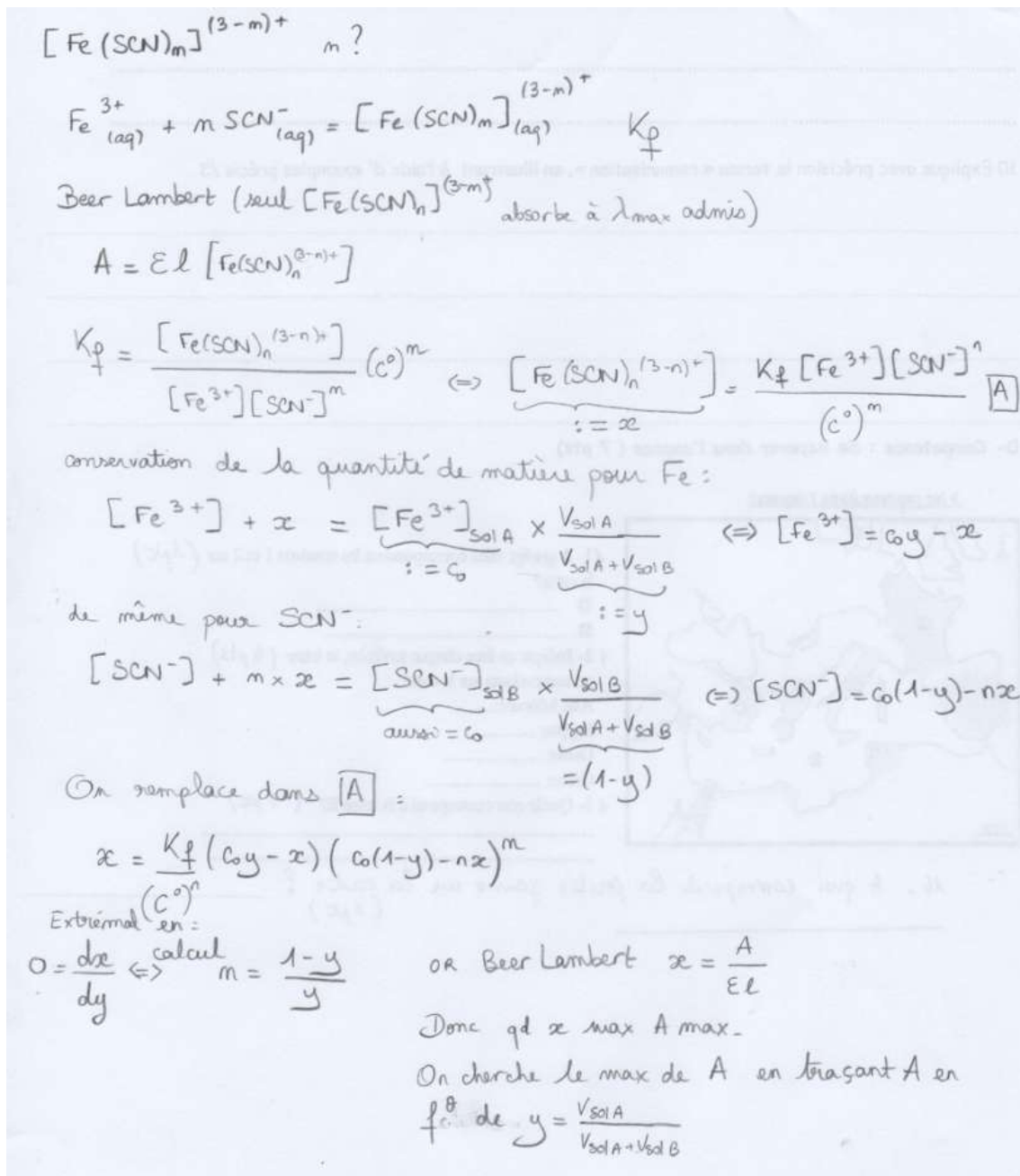


FIGURE 1

Détermination de la constante de formation du complexe De même on prépare les solutions à l'aide d'une burette.

Protocole Dans des fioles jaugées de 20 mL on verse :

Solution n°	11	12	13	14	15	16
V sol C (mL)	2	3	4	5	6	7
V sol D (mL)	1	1	1	1	1	1

TABLE 2 – Volumes à verser dans des fioles jaugées de 20 mL

Compléter à l'acide nitrique à 0,2 mol/L. Faire le blanc avec l'acide nitrique à 0,2 mol/L et mesurer l'absorbance à la longueur d'onde maximale des solution 11 à 16. Suivre ensuite l'exploitation des calculs.

Calculs Très bien faits dans le Grüber en voici scan résumé :

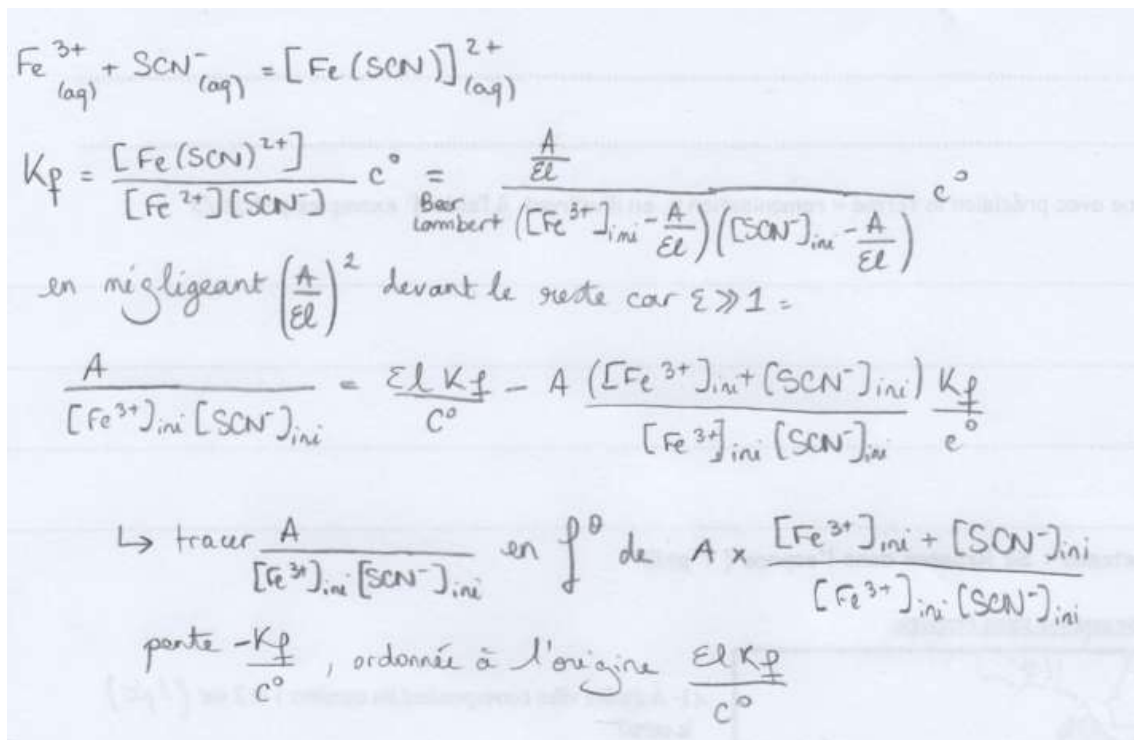


FIGURE 2

2 Questions typiques

Absorbance

- questions usuelles de fonctionnement spectrophotomètre à connaître
- choix des cuves : quartz n'absorbe pas dans l'UV mais cher, verre bien car moins cher et moins sensible aux solvant que plastique
- lampe source lumineuse du spectro ? lampe à hydrogène pour l'UV, au tungstène pour le visible
- Pourquoi des bandes et pas des pics ? couplage vibronique

Expérience

- Pourquoi le choix de l'acide nitrique ? Pour se placer en milieu acide ainsi d'après le diagramme E pH on n'a pas d'hydroxyde fixé. Cela permet aussi que la force ionique soit fixée
- Cette expérience permet de déterminer le coefficient d'extinction molaire, que peut on déduire de sa valeur ? Il est de l'ordre de 10^3 ce qui est élevé et indique une transition permise.
- De quelle transition il s'agit ici ? transition à transfert de charge métal ligand, du métal vers le ligand SCN^{-} qui possède des orbitales π^* vacantes
- C'est quoi la méthode de Job ? (ou méthode des variations continues) ? On maintient la somme des concentrations ici SCN et Fe constante mais on modifie leur rapport.
- L'absorbance varie avec le temps comment l'expliquer ? réaction d'oxydoréduction entre les ions fer (III) et thiocyanate qui conduit à la formation de $(\text{SCN})_2$ et Fe^{2+} , la réaction est assez lente pour pouvoir mesurer mais il faut quand même faire attention et ne pas utiliser des solutions datant de la veille.
- Comment on stocke le trichlorure de fer ? C'est un diacide dans l'eau (un ou deux ligand OH qui substituent l'eau) il faut donc le stocker dans des récipients protégés comme du plastique ou de l'acier éboulé.
- A quoi sert cette réaction de complexation ? On peut doser le fer dans le vin avec

Le fer en général

- complexes de fer quel rôle dans le vivant ? l'hémoglobine est un complexe de fer complexés par des porphyrines qui assurent le transport du dioxygène dans le corps humain.

- le chlorure de fer (III) est aussi utilisé pour traiter les eaux usées en tant qu'agent flocculant ou pour la gravure de circuits imprimés.