

## Dosage de l'élément fer dans le vin (Titration par étalonnage) (Isabelle Tarride)

### 1. INTRODUCTION

Le vin contient, en faible quantité, l'élément fer sous forme d'ions fer (II),  $\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$  et fer (III),  $\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}$  libres ou complexés (associés à d'autres espèces chimiques : molécules ou ions).

Les ions fer (III) sont apportés par le raisin lui-même et par l'oxydation d'une partie des ions fer (II) ; ces derniers proviennent principalement des parties métalliques du matériel utilisé lors de la vinification (vendange, pressurage et filtration).

Le vin contient également des ions phosphate  $\text{PO}_4^{3-}_{(\text{aq})}$  qui peuvent réagir avec les ions fer (III) si la concentration de ceux-ci est trop importante ; il se forme alors un précipité de phosphate de fer (III),  $\text{FePO}_4_{(\text{aq})}$  troublant le vin : c'est le phénomène de « casse ferrugineuse » ou « casse blanche ». Pour prévenir ce phénomène, il est important pour l'œnologue de déterminer la concentration en ions fer dans le vin.

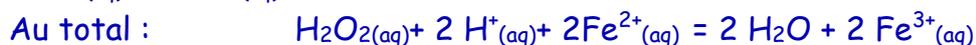
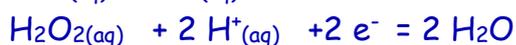
### 2. PRINCIPE DU DOSAGE

On veut déterminer la concentration **totale** en élément fer :

#### 2.1. Préparation de la solution

Elle se fait en 3 étapes :

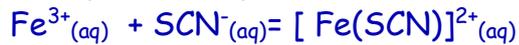
1) On oxyde tous les ions  $\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$  en ions  $\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}$  avec de l'eau oxygénée  $\text{H}_2\text{O}_2$ .  
Ecrire l'équation qui traduit la réaction d'oxydation des ions  $\text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$  en ions  $\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}$  avec de l'eau oxygénée  $\text{H}_2\text{O}_2$ . (couples  $\text{H}_2\text{O}_2_{(\text{aq})} / \text{H}_2\text{O}$  et  $\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})} / \text{Fe}^{2+}_{(\text{aq})}$ ).



2) On se place en milieu acide (acide chlorhydrique) pour empêcher la formation d'un précipité marron d'hydroxyde de fer (III).

3) On forme, avec une solution de thiocyanate de potassium ( $K^+_{(aq)} + SCN^-_{(aq)}$ ), en excès, l'ion complexe  $[Fe(SCN)]^{2+}$  de couleur rouge.

Ecrire l'équation qui traduit la réaction entre les ions  $Fe^{3+}_{(aq)}$  et la solution de thiocyanate de potassium ( $K^+_{(aq)} + SCN^-_{(aq)}$ ).



## 2.2 Dosage

Il est réalisé par 2 méthodes :

- Le dosage est fait par comparaison de la coloration rouge obtenue avec une échelle de teintes rouges réalisées avec des solutions titrées d'ions  $Fe^{3+}$ .
- Le dosage précédent peut être affiné en utilisant un spectrophotomètre.

## 3. MODE OPERATOIRE

### 3.1. Réalisation des solutions étalon d'ions fer (III)

#### 1) Préparation de la solution $S_0$

On a préparé une solution ferrique  $S_0$ , de concentration massique 100 mg d'ions  $Fe^{3+}$  par litre, en dissolvant 8,63 g d'alun de fer (III) et d'ammonium de formule  $(NH_4Fe(SO_4)_2, 12 H_2O)$ , de masse molaire =  $482 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ , dans 1 L d'acide chlorhydrique à 1% puis en diluant au 1/10.

Montrer que l'alun de fer (III) et d'ammonium, mis en solution, donne des ions fer (III).



Pour respecter la neutralité électrique, l'ion fer doit porter une charge 3+

Justifier la prise d'essai de 8,63 g d'alun de fer (III) et d'ammonium, pour obtenir la solution ferrique  $S_0$ .

La solution  $S_0$  ( diluée au 1/10 ) doit contenir 100mg de fer par litre.

Donc la solution mère doit contenir 1 g de fer par litre, soit  $\frac{1}{55,8}$  mol de fer par

litre.

On doit donc dissoudre  $\frac{1}{55,8} \times 482 = 8,63 \text{ g}$  d'alun de fer dans 1 litre.

## 2) Préparation des solutions diluées

Préparer 50 mL de chaque solution étalon d'ions fer (III) à partir de la solution mère  $S_0$ .

(Chaque groupe peut prendre en charge la préparation d'une solution)

N° de solution	1	2
concentration massique $[\text{Fe}^{3+}]$ ( $\text{mg} \times \text{L}^{-1}$ )	4,00	5,00
Volume de $S_0$ à prélever (mL)	2,0	2,5

## 3.2 Préparation de l'échelle de teintes

Préparer 8 tubes à essais de même calibre numérotés de 1 à 8 sur un portoir et verser dans chacun d'eux : (chaque binôme prépare 1 tube à essai ; mise en commun)

10 mL de chacune des solutions étalon  
5 gouttes d'eau oxygénée à 20 volumes  
1 mL d'acide chlorhydrique à 6 mol.L<sup>-1</sup>  
1 mL de solution de thiocyanate de potassium à 200 g.L<sup>-1</sup>  
Agiter.

## 3.3 Préparation de l'échantillon de vin

Dans un tube de même calibre, mettre 10 mL de vin et les mêmes réactifs que ci-dessus.

## 4. DOSAGES

#### 4.1 Avec l'échelle de teintes

Situer l'échantillon de vin à l'intérieur de la gamme étalon par comparaison des couleurs

Proposer un encadrement pour la concentration massique en ions  $Fe^{3+}$  de l'échantillon de vin.

$$6 \text{ mg.L}^{-1} < c < 7 \text{ mg.L}^{-1}$$

#### 4.2. Avec un spectrophotomètre

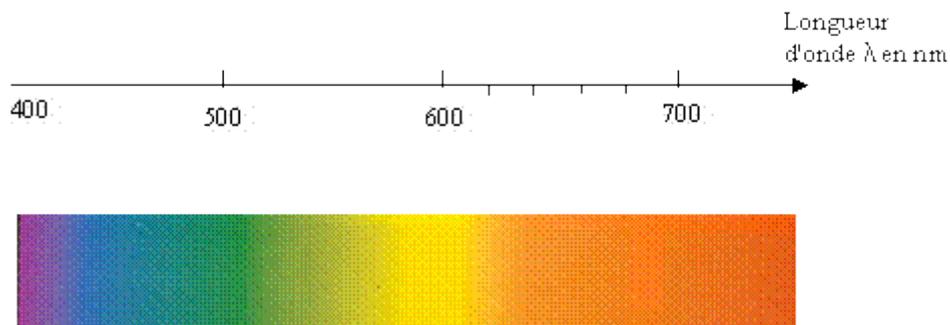
##### 1) Préparation

L'absorbance des solutions est maximale pour une radiation de longueur d'onde  $\lambda = 480 \text{ nm}$ .

Justifier la valeur de la longueur d'onde ( $\lambda = 480 \text{ nm}$ ).

Les ions fer III sont légèrement jaune ; il absorbent donc la lumière complémentaire du jaune.

La longueur d'onde  $\lambda = 480 \text{ nm}$  correspond au maximum d'absorption pour les ions fer.



Régler le spectrophotomètre sur cette longueur d'onde.  
Réaliser le "blanc", la cuve étant remplie d'eau distillée.

##### 2) Réalisation de la courbe d'étalonnage

Mesurer l'absorbance  $A$  des solutions (tubes à essais de 1 à 6) étalons d'ions fer (III) constituant l'échelle de teintes. (« faire le blanc » entre chaque mesure)

N° de solution	1	2	3	4	5	6	7	8
----------------	---	---	---	---	---	---	---	---

concentration massique [Fe <sup>3+</sup> ] (mg·L <sup>-1</sup> )	4,00	5,00	6,00	7,00	8,00	9,00	10,0	11,0
Absorbance								

Tracer, sur papier millimétré, la courbe d'étalonnage de l'absorbance,  $A$ , en fonction de la concentration massique des ions fer (III).

On obtient une droite passant par l'origine :  $A$  est proportionnelle à la concentration de la substance colorée ( loi de Beer Lambert ).

### 3) Détermination de la concentration massique en ions fer du vin blanc

Réaliser le « blanc », la cuve étant remplie d'un mélange de vin blanc et d'eau distillée (10 mL de vin pour 2 mL d'eau distillée).

*Pourquoi est-il nécessaire de refaire le « blanc » ?*

On refait le blanc avec le vin, car il n'est pas incolore. ( une autre méthode consisterait à décolorer au préalable l'échantillon de vin blanc )

*Pourquoi prend-on ces volumes ?*

On prélève le même volume de vin que de solution étalon (voir § 3.2) et on ajoute 2 mL d'une solution incolore (ce qui correspond aux 2 mL de solutions incolores ajoutées ( voir §3.2 )

Mesurer l'absorbance de l'échantillon de vin (9<sup>ème</sup> tube à essais).

A partir de la courbe d'étalonnage, déterminer la concentration massique en ions fer du vin blanc étudié.

On reporte la valeur de l'absorbance  $A$  pour le vin blanc :

$$c = 6,5 \text{ mg.L}^{-1}$$

On considère que, si la concentration massique est au-dessus de 10 à 15 mg.L<sup>-1</sup>, la « casse ferrique » devient probable. Conclure pour le vin étudié.

Ce vin ne présente pas de risque de "casse ferrique "

*Pourquoi ce dosage est un dosage par étalonnage ?*

On a comparé la solution étudiée ( vin blanc ) à une solution étalon ( alun de fer ).

Pour ce type de dosage, la solution étudiée et la solution étalon doivent contenir la même espèce chimique ( ici : ions Fe<sup>3+</sup> )