

Tiré des Actes du Colloque 2000 de l'Association de la recherche au collégial (ARC).
 Copie numérique autorisée disponible sur le serveur Web du Centre de documentation collégiale (CDC):
 URL= http://www.cdc.qc.ca/actes_arc/2000/jolicoeur_actes_ARC_2000.pdf
 Format : 15 pages en PDF.

PRÉPARATION ET ÉTUDE DE DÉCOMPOSITION D'UN COMPLEXE DE FER (III)

Benoit Jolicoeur, Collège de Rosemont, Stage en milieu universitaire

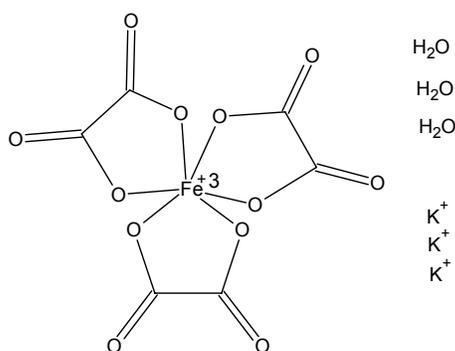
2^e prix étudiant

RÉSUMÉ

Un stage réalisé au Département de chimie de l'Université de Montréal a permis d'atteindre les objectifs suivants : l'acquisition d'expertise en synthèse de composés inorganiques, l'utilisation de méthodes analytiques pour déterminer la composition d'un produit, l'utilisation de méthodes physico-chimiques pour caractériser un produit et l'élaboration d'un protocole pour déterminer la réaction en jeu lors de la décomposition photochimique. Le composé synthétisé est un complexe de fer⁺³ avec l'ion oxalate, dont la formule moléculaire est $K_3(Fe(C_2O_4)_3) \cdot 3H_2O$.

INTRODUCTION

J'ai réalisé cette expérience dans le but de me familiariser avec la synthèse de composés inorganiques et les différentes méthodes d'analyses physico-chimiques pour déterminer la composition et caractériser le produit. La colorimétrie à la 1,10-phénanthroline, la volumétrie au permanganate, la spectroscopie infrarouge, la spectroscopie ultraviolette-visible et la mesure de susceptibilité magnétique ont été utilisées pour caractériser le produit. Pour ce faire, j'ai synthétisé un complexe de fer(III) donc la formule moléculaire est :



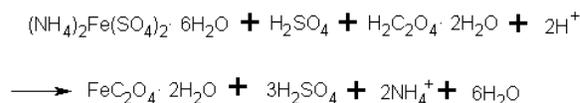
J'ai ensuite élaboré une stratégie pour étudier sa photo-décomposition. J'ai également vérifié si l'acide oxalique faisait vraiment disparaître la rouille et les taches d'encre à base de fer.

L'expérience s'est échelonnée du 23 février au 29 mars 2000 à l'Université de Montréal. Elle a été mise sur

pied par le professeur titulaire (Ph. D.) André L. Beauchamp et Guillaume Chassé, étudiant en maîtrise.

PRÉPARATION DU COMPOSÉ $K_3(Fe(C_2O_4)_3) \cdot 3H_2O^{1-2}$

La synthèse consiste à dissoudre 15 g de sulfate de fer(II) et d'ammonium, $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$, dans 50 mL d'eau chaude et 1 mL de H_2SO_4 1M. Nous obtenons alors une solution verte. Il faut ajouter ensuite 75 mL d'une solution de 100 mL d'eau chaude et de 10 g d'acide oxalique dihydraté (annexe 1) pour obtenir une solution jaune. Après avoir porté à ébullition et ensuite laissé reposer, un précipité jaune se dépose. Nous obtenons par décantation l'oxalate ferreux, $FeC_2O_4 \cdot 2H_2O$.



Dissoudre l'oxalate ferreux et 10 g d'oxalate de potassium monohydraté (annexe 1) dans 30 mL d'eau à 40 °C. La solution prend une teinte orangée. Ajouter 25 mL de peroxyde d'hydrogène (20 volumes) pour voir une couleur rouille apparaître. Chauffer à ébullition. Ajouter environ 25 mL de la solution d'acide oxalique préparée précédemment pour que l'hydroxyde ferrique entre en solution. Nous possédons alors une solution vert clair. Filtrer à chaud et laver avec 30 mL d'éthanol 95 %. Laisser cristalliser dans l'obscurité. Après cristallisation, filtrer les cristaux verts, laver avec un mélange eau-éthanol 1 : 1 et avec de l'acétone.

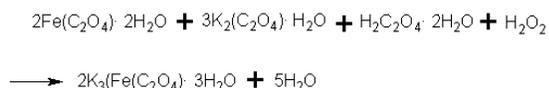


Tableau 1	
Masses exactes des réactifs utilisés et du produit obtenu lors de la synthèse	
Composés	Masse (g)
Acide oxalique dihydraté ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	10,004
Sulfate de fer(II) et d'ammonium ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)	15,072
Oxalate de potassium monohydraté ($\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	10,012
$\text{K}_3(\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ sec	14,8019

ANALYSE DU FER PAR COLORIMÉTRIE À LA 1,10-PHÉNANTHROLINE

La colorimétrie consiste à faire passer un faisceau lumineux visible monochromatique à travers une couche de solution. Le faisceau est atténué et l'intensité transmise révélera la densité optique de la solution, appelée absorbance. L'appareil utilisé est un *Spectronic 20*. Pour obtenir la meilleure courbe d'étalonnage possible, il faut déterminer la longueur d'onde où l'absorbance est maximale (annexe 2).

Tableau 2		
Absorbance en fonction de la longueur d'onde		
Longueur d'onde (nm)	Transmittance (%)	Absorbance
495	84,2	0,07469
500	84,0	0,07572
505	84,0	0,07572
507	84,0	0,07572
508	83,2	0,07988
509	84,0	0,07572
510	84,1	0,07520
515	84,2	0,07469

Les lectures seront alors prises à une longueur d'onde de 508nm. Il s'agit de préparer cinq solutions de sulfate de fer d'ammonium de concentrations différentes, d'ajouter 0,1 g d'hydroxylamine (NH_2OH), 0,8 g d'acétate de sodium et 10 mL de 1,10-phénanthroline (annexe 1) $5,045 \times 10^{-4}\text{M}$. Le fer doit avoir un degré d'oxydation de +2 pour développer la couleur orange. C'est pourquoi j'ajoute de l'hydroxylamine pour réduire le Fe^{3+} en Fe^{2+} .

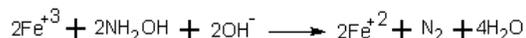


Tableau 3		
Absorbance des solutions de $\text{K}_3(\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ à 508 nm		
Concentration (M)	Transmittance (%)	Absorbance
$8,93 \times 10^{-6}$	77,2	0,112
$1,79 \times 10^{-5}$	65,5	0,184
$2,68 \times 10^{-5}$	50,0	0,301
$4,46 \times 10^{-5}$	33,0	0,482

La courbe d'étalonnage (annexe 3) donne la relation suivante entre la concentration en Fe^{2+} et l'absorbance (A) :

$$A = 10\,892 \cdot [\text{Fe}^{2+}]$$

La solution d'oxalate de fer(III) préparée à $2 \times 10^{-5}\text{M}$, après réduction du fer, donne une absorbance égale à 0,2204. Par calcul, je peux trouver la concentration de fer(III).

$$0,2204 = 10\,892 \cdot [\text{Fe}^{2+}]$$

$$[\text{Fe}^{2+}] = 2,02 \times 10^{-5}\text{M}$$

La concentration obtenue est supérieure de 1 % à la valeur réelle. Cet écart est raisonnable compte tenu de la précision de l'appareil.

ANALYSE DE L'OXALATE PAR LA VOLUMÉTRIE AU PERMANGANATE

Ce test de volumétrie permet de calculer avec précision la quantité d'oxalate présente dans une solution préalablement préparée. J'ai effectué ce titrage en dissolvant trois échantillons de $\text{K}_3(\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3) \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ d'environ 0,18 g dans l'eau. J'ai ensuite ajouté 75 mL d'acide

sulfurique 1,5N et j'ai complété les solutions à 250 mL. Les solutions sont chauffées à une température entre 80 °C et 90 °C pour l'analyse. Le titrage se fait avec une solution de permanganate de potassium (KMnO₄) de 0,1N. Pour obtenir cette concentration dans une solution de 500 mL, j'ai dissous 0,05 équivalent, c'est-à-dire 0,01mol qui pèse 1,5795 g. Donc 0,1N de KMnO₄ équivaut à 0,02 M. J'ai utilisé deux solutions d'oxalate de potassium pour déterminer la molarité exacte de ma solution de permanganate. La réduction du manganèse se produit selon la réaction suivante :

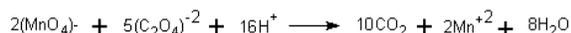


Tableau 4		
Volume de permanganate nécessaire lors du titrage de l'oxalate		
Composés	Masse du composé utilisée (g)	Volume de KMnO ₄ nécessaire (mL)
K ₃ (Fe(C ₂ O ₄) ₃)·3H ₂ O	0,1830	21,6
	0,1852	22,0
	0,1870	22,1
K ₂ C ₂ O ₄ ·H ₂ O	0,2555	27,8
	0,2562	27,9

Il est maintenant possible de calculer la concentration exacte de ma solution de permanganate :

$$0,2555 \text{ g de } \text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4\cdot\text{H}_2\text{O} = 1,388 \times 10^{-3} \text{ mol} \\ 184,05 \text{ g/mol}$$

$$1,388 \times 10^{-3} \text{ mol } (\text{C}_2\text{O}_4)^{2-} = 5,552 \times 10^{-4} \text{ mol } (\text{MnO}_4)^- \\ \frac{5,552 \times 10^{-4} \text{ mol}}{27,8 \text{ mL}} = 1,997 \times 10^{-2} \text{ M}$$

De la même manière, le deuxième titrage de la solution de K₂C₂O₄·H₂O me donne une concentration de 1,996x10⁻²M de permanganate. Connaissant maintenant exactement cette concentration, je peux calculer le pourcentage d'oxalate contenu dans les trois solutions d'oxalate de fer(III).

$$0,0216 \text{ L} \times 1,997 \times 10^{-2} \text{ M} = 4,313 \times 10^{-4} \text{ mol } (\text{MnO}_4)^-$$

$$4,313 \times 10^{-4} \text{ mol } (\text{MnO}_4)^- \times 5/2 = 1,078 \times 10^{-3} \text{ mol } (\text{C}_2\text{O}_4)^{2-}$$

$$1,078 \times 10^{-3} \text{ mol } (\text{C}_2\text{O}_4)^{2-} \times 88,0196 \text{ g/mol} = 0,09489 \text{ g d'oxalate}$$

$$\frac{0,09489 \text{ g } (\text{C}_2\text{O}_4)^{2-}}{0,1830 \text{ g } \text{K}_3(\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3)\cdot 3\text{H}_2\text{O}} \times 100 = 51,85 \% \text{ P/P}$$

De la même manière, je peux calculer que les trois solutions contiennent respectivement 51,85 %, 52,15 % et 51,87 %. La moyenne est donc de 51,96 % P/P d'oxalate. La valeur théorique du pourcentage massique d'oxalate se calcule à partir des masses molaires :

$$\frac{3 \times (88,0196 \text{ g/mol})}{491,247 \text{ g/mol}} \times 100 = 53,75 \% \text{ P/P}$$

Le fait que le pourcentage obtenu expérimentalement soit plus faible est tout à fait normal puisque l'oxalate avait sûrement commencé à se décomposer avant que le titrage soit réalisé.

SPECTROSCOPIE INFRAROUGE

La spectroscopie infrarouge (IR) permet d'étudier les modes de vibration des liaisons qui composent la molécule. Chaque composé possède son propre spectre IR, c'est-à-dire un ensemble de fréquences où il absorbe. Pour déterminer le spectre IR d'une molécule, on l'irradie de rayons IR et on détermine à quelles fréquences la molécule absorbe la radiation et fait une transition vers l'état excité de l'un ou l'autre des modes de vibration.

J'ai enregistré le spectre du K₃(Fe(C₂O₄)₃)·3H₂O (annexe 4) entre 4000 et 450 cm⁻¹ en le fixant sur une pastille de KBr. J'ai obtenu des bandes d'absorption assez près des valeurs théoriques pour affirmer que toutes les liaisons attendues sont présentes. La bande qui correspond aux liaisons O-H est trop large pour déterminer avec précision son sommet, mais sa signification est tout de même évidente. Certaines liaisons n'ont pu être observées à basse fréquence à cause des limites imposées à l'appareil. Entre 2925 et 2525 cm⁻¹ nous pouvons

observer des bandes, bien que de faible intensité, qui ne devraient pas apparaître. Ce sont probablement des impuretés présentes en très faible quantité.

Tableau 5		
Nombres d'onde et les liaisons correspondantes du $K_3(Fe(C_2O_4)_3) \cdot 3H_2O$		
Liaisons correspondantes	Nombres d'onde expérimental (cm^{-1})	Nombres d'onde théorique (cm^{-1})
$\nu_a(C=O)$	± 1698	1712
$\nu_a(C=O)$	1680, 1642	1677, 1649
$\nu_s(C=O) + \nu(C-C)$	1391,2	1390
$\nu_s(C=O) + \delta(O-C=O)$	1272,8, 1256	1270, 1255
$\nu_s(C=O) + \delta(O-C=O)$	891,4	885
$\delta(O-C=O) + \nu(Fe-O)$	803,9, 790	795, 785
H_2O (cristal)	583	580
$\nu(Fe-O) + \nu(C-C)$	531	528
$\delta(O-C=O)$	498	498
$\nu(Fe-O)$	Hors limites	366
$\delta(O-C=O) + \nu(C-C)$	Hors limites	340

Les spectres IR de l'acide oxalique dihydraté ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$) (annexe 5) et de l'oxalate de potassium monohydraté ($K_2C_2O_4 \cdot H_2O$) (annexe 6) donnent des informations supplémentaires en comparant les liaisons communes à celles du $K_3(Fe(C_2O_4)_3) \cdot 3H_2O$. Il existe un écart raisonnable et normal entre les fréquences d'absorption de ces deux produits et ceux de l'oxalate de fer(III).

Tableau 6		
Bandes caractéristiques en infrarouge de composés à base d'oxalate		
Liaisons correspondantes	Acide oxalique dihydraté ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)	Oxalate de potassium monohydraté ($K_2C_2O_4 \cdot H_2O$)
$\nu_a(C=O)$	1690	1594
$\nu_s(C=O) + \nu(C-C)$	-----	1407
$\nu_s(C=O) + \delta(O-C=O)$	1249	1317
H_2O (cristal)	600	621
$\delta(O-C=O)$	496	525

SPECTROSCOPIE ULTRAVIOLETTE-VISIBLE

Pour enregistrer les spectres ultraviolets-visibles de cinq composés à base de fer(II) et de fer(III), je les ai mis en solution de $1 \times 10^{-4} M$ avec $0,1 M$ d' H^+ . Les spectres ont été enregistrés entre 200nm et 800nm, mais seulement la partie importante de chacun est représentée en annexe.

Tableau 7	
Masse de produit utilisée pour les solutions de 100 mL en spectroscopie ultraviolette-visible	
Composés	Masse de produit (g)
$Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	$4,04 \times 10^{-3}$
$FeCl_2 \cdot 4H_2O$	$1,98 \times 10^{-3}$
$K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$	$4,22 \times 10^{-3}$
$FeCl_3$	$1,62 \times 10^{-3}$
$K_3Fe(C_2O_4)_3 \cdot 3H_2O$	$4,90 \times 10^{-3}$

Les spectres de $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ (annexe 8) et de $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ (annexe 9) révèlent beaucoup d'interférences causées par la présence des groupements NO_3 et CN , ce qui empêche de déterminer la valeur d'absorbance de l'atome de fer. Par contre, le spectre de $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ (annexe 10) possède une bande très intense à 265nm caractéristique du fer(II). La solution de $FeCl_3$ (annexe 11), pour sa part, absorbe à 253nm. Le fer(III) absorbe donc à une longueur d'onde plus basse que le fer(II). En analysant le spectre obtenu à partir du $K_3Fe(C_2O_4)_3 \cdot 3H_2O$ (annexe 7) je peux confirmer la présence de fer(III) dans ma solution, mais aussi d'une quantité plus faible de fer(II). Une bande assez intense est située à une petite longueur d'onde et une autre plus faible se situe vers 270nm. Le fer(III) est donc en plus grande quantité que le fer(II) dans la solution. Ce dernier est causé par la photodécomposition normale du complexe à la lumière. L'expérience aurait dû être entièrement réalisée dans l'obscurité pour éliminer sa présence.

MESURE DE SUSCEPTIBILITÉ MAGNÉTIQUE

Cette méthode d'analyse permet de déterminer si un composé est diamagnétique ou paramagnétique. La valeur R affichée par la balance permet de calculer la susceptibilité massique de la façon suivante :

$$\chi_g = \frac{C_{bal} \cdot L (R - R_0)}{10^9 \cdot m}$$

- où χ_g = susceptibilité massique (cm³/g)
 L = longueur de l'échantillon dans le tube (cm)
 m = masse de l'échantillon (g)
 R₀ = valeur lue pour le tube vide
 R = valeur lue pour le tube avec l'échantillon
 C_{bal} = constante de calibration de l'instrument = 0,999

$$\chi_g \text{ FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = \frac{0,999 \cdot 2,7 (-4330)}{10^9 \cdot 0,2428} = -4,81 \times 10^{-5} \text{ cm}^3/\text{g}$$

$$\chi_g \text{ K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O} = \frac{0,999 \cdot 2,8 (-20)}{\text{cm}^3/\text{g}} = -4,70 \times 10^{-7}$$

$$10^9 \cdot 0,1170$$

$$\chi_g \text{ K}_3\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} = \frac{0,999 \cdot 2,8 (1160)}{\text{cm}^3/\text{g}} = 2,35 \times 10^{-5}$$

$$10^9 \cdot 0,1378$$

$$\chi_g \text{ K}_3\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} = \frac{0,999 \cdot 2,5 (1190)}{\text{cm}^3/\text{g}} = 2,42 \times 10^{-5}$$

$$10^9 \cdot 0,1230$$

La susceptibilité molaire χ_M est reliée à la susceptibilité massique χ_g par l'équation suivante :

$$\chi_M = \chi_g \cdot M$$

où M = masse molaire du composé

$$\chi_M \text{ FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = -4,81 \times 10^{-5} \text{ cm}^3/\text{g} \cdot 198,81 \text{ g/mol} = -9,56 \times 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{mol}$$

$$\chi_M \text{ K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O} = -4,70 \times 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{g} \cdot 422,412 \text{ g/mol} = -1,99 \times 10^{-4} \text{ cm}^3/\text{mol}$$

$$\chi_M \text{ K}_3\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} = 2,35 \times 10^{-5} \text{ cm}^3/\text{g} \cdot 491,247 \text{ g/mol} = 1,15 \times 10^{-2} \text{ cm}^3/\text{mol}$$

$$\chi_M \text{ K}_3\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} = 2,42 \times 10^{-5} \text{ cm}^3/\text{g} \cdot 491,247 \text{ g/mol} = 1,19 \times 10^{-2} \text{ cm}^3/\text{mol}$$

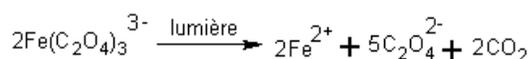
Tableau 8				
Mesures de susceptibilité magnétique				
Composé	Masse de l'échantillon (g)	Longueur (cm)	R ₀	R (échelle : x10)
FeCl ₂ ·4H ₂ O	0,2428	2,7	-41	-474
K ₄ Fe(CN) ₆ ·3H ₂ O	0,1170	2,8	-75	-77
K ₃ Fe(C ₂ O ₄) ₃ ·3H ₂ O	0,1378	2,8	-77	+39
	0,1230	2,5	-77	+42

Tableau 9		
Valeurs de susceptibilité massique et magnétique		
Composé	Susceptibilité massique (cm ³ /g)	Susceptibilité magnétique (cm ³ /mol)
FeCl ₂ ·4H ₂ O	-4,81x10 ⁻⁵	-9,56x10 ⁻³
K ₄ Fe(CN) ₆ ·3H ₂ O	-4,70x10 ⁻⁷	-1,99x10 ⁻⁴
K ₃ Fe(C ₂ O ₄) ₃ ·3H ₂ O	2,35x10 ⁻⁵	1,15x10 ⁻²
	2,42x10 ⁻⁵	1,19x10 ⁻²

Les valeurs positives de susceptibilité magnétique du K₃Fe(C₂O₄)₃·3H₂O indiquent que le composé est paramagnétique, c'est-à-dire qu'il contient des électrons célibataires. Ce complexe possède en réalité 5 électrons non couplés. Le FeCl₂·4H₂O et le K₄Fe(CN)₆·3H₂O révèlent, par une valeur négative, leur caractère diamagnétique.

ÉTUDE DE DÉCOMPOSITION

Pour étudier la vitesse de décomposition du complexe de fer(III), je l'ai fait décomposer sous une lumière d'intensité modérée, soit un néon, pour avoir le temps d'analyser la composition d'échantillon prélevé à différents temps d'exposition. L'étude s'est échelonnée sur une durée de 390 minutes. Le fer contenu dans la solution de K₃Fe(C₂O₄)₃·3H₂O se réduit selon la réaction suivante :



La même méthode de colorimétrie utilisée précédemment a servi ici à suivre l'augmentation de la concentration de fer(II) alors que le fer(III) disparaissait.

Tableau 10			
Concentration du fer(II) formé par la décomposition (annexe 12)			
Temps (minutes)	Transmittance moyenne (%)	Absorbance	Concentration (M)
45	77,2	0,1124	1,03x10 ⁻⁵
75	65,8	0,1818	1,67 x10 ⁻⁵
105	58,0	0,2366	2,17 x10 ⁻⁵
165	57,8	0,2373	2,18 x10 ⁻⁵
270	60,2	0,2211	2,03 x10 ⁻⁵
390	67,3	0,1720	1,58 x10 ⁻⁵

La décomposition ne se produit pas complètement, comme j'aurais pu le croire. La concentration de fer(II) augmente de façon régulière durant les 105 premières minutes, mais elle redescend ensuite lentement. En fait, le fer(II) produit s'oxyde ensuite avec l'oxygène de l'air et produit l'équilibre suivant entre les deux degrés d'oxydation du fer :



Pour contrer ce problème, la décomposition et l'analyse quantitative de fer devraient être réalisées sous atmosphère d'azote ou d'argon. L'absence d'oxygène donnerait sûrement des résultats plus concluants.

Tableau 11		
Pourcentage massique de l'oxalate lors de la décomposition		
Temps (minutes)	Moyenne de KMnO ₄ utilisé(mL)	Pourcentage d'oxalate (% P/P)
30	2,2	74,4
60	1,7	57,5
90	1,7	57,5
150	1,5	50,7
255	1,4	47,3
375	1,3	43,9

L'oxalate subit également une décomposition : 6 moles d'oxalate produisent 5 moles d'oxalate et 2 moles de dioxyde de carbone. Les pourcentages massiques diminuent (annexe 13) de façon assez régulière et prouvent que l'oxalate disparaît réellement. Cependant, les pourcentages obtenus sont trop élevés. En effet, le $K_3Fe(C_2O_4)_3 \cdot 3H_2O$ ne devrait contenir au maximum que 53,75 % P/P. Une erreur de concentration lors de la préparation de l'oxydant (KMnO₄) pourrait être à l'origine de cet écart. Pour plus de précision, une solution de permanganate moins concentrée devrait être utilisée. L'erreur sur la mesure du volume serait alors moins importante.

L'ACIDE OXALIQUE DANS LA VIE DE TOUS LES JOURS

L'acide oxalique a la propriété d'effacer les taches d'encre dont la coloration provient du fer. Ce type d'encre n'est plus utilisé aujourd'hui. C'est pourquoi j'ai reproduit une solution d'encre d'après une expérience trouvée sur internet. Il s'agit de saturer

250 mL d'eau avec de l'acide gallique (annexe 1) (environ 5 mg sont nécessaires) et d'ajouter environ 12 g de sulfate de fer d'ammonium ($Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$) pour obtenir une encre liquide bleu foncé. C'est avec une solution de 10 g d'acide oxalique dissous complètement par chauffage qu'il est possible d'effacer facilement les traces de cette encre sur du papier.

J'ai effectué des tests sur l'encre contenue dans différents surligneurs fluorescents commerciaux. Il semble que l'acide oxalique attaque uniquement la couleur jaune contenu dans ces crayons. En effet, les marques de surligneurs jaunes disparaissent complètement et les marques vertes deviennent bleues peu importe de quelle compagnie proviennent les crayons. Il serait intéressant d'apprendre la composition de ces encres pour découvrir quelle réaction se produit.

L'acide oxalique est également reconnu pour faire disparaître la rouille. J'ai vérifié cette propriété en formant de la rouille par précipitation d'un sel ferreux avec du NaOH dilué. J'ai pu observer qualitativement que l'acide oxalique peut dissoudre parfaitement une assez grande quantité de rouille presque instantanément.

CONCLUSION

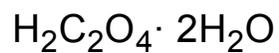
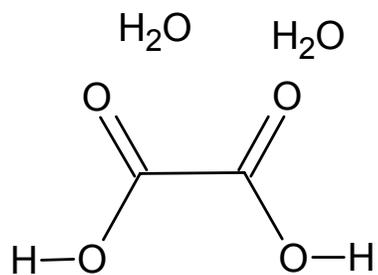
Finalement, la synthèse et les analyses physico-chimiques ont très bien fonctionné, alors que la décomposition nécessiterait une étude plus approfondie pour tirer des conclusions avec certitude. Le manque de temps m'a malheureusement empêché de poursuivre dans ce projet.

Ce projet m'a donné l'opportunité d'acquérir beaucoup de connaissances sur les méthodes de synthèse et d'analyse ainsi que sur le développement d'un projet de recherche. J'ai également eu la chance de me familiariser avec le milieu universitaire dont je ferai partie l'an prochain.

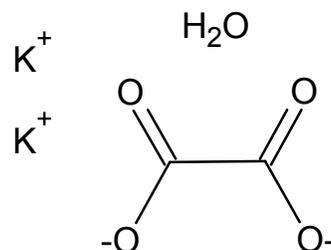
ANNEXE 1

Structure de quelques molécules utilisées :

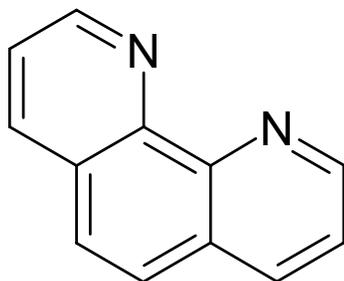
Acide oxalique dihydraté :



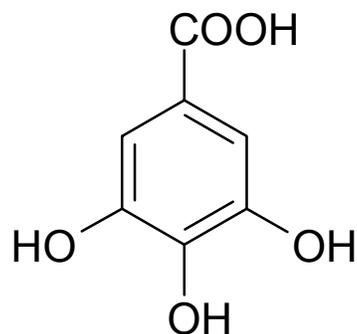
Oxalate de potassium monohydraté :



1,10-phénanthroline :

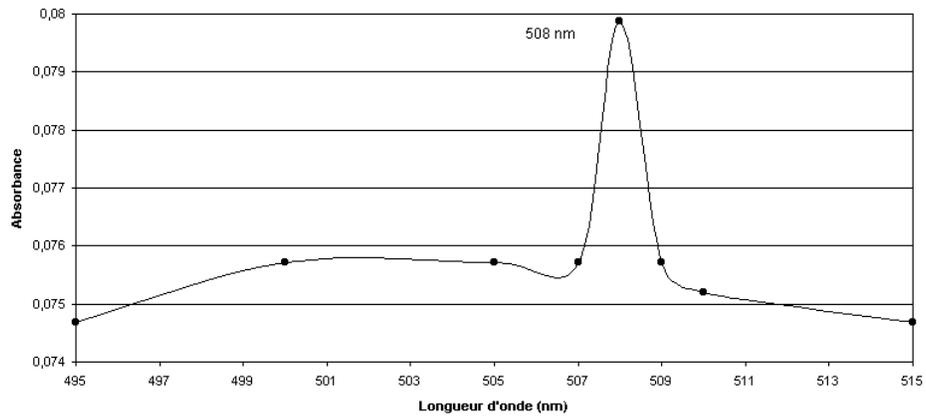


acide gallique :



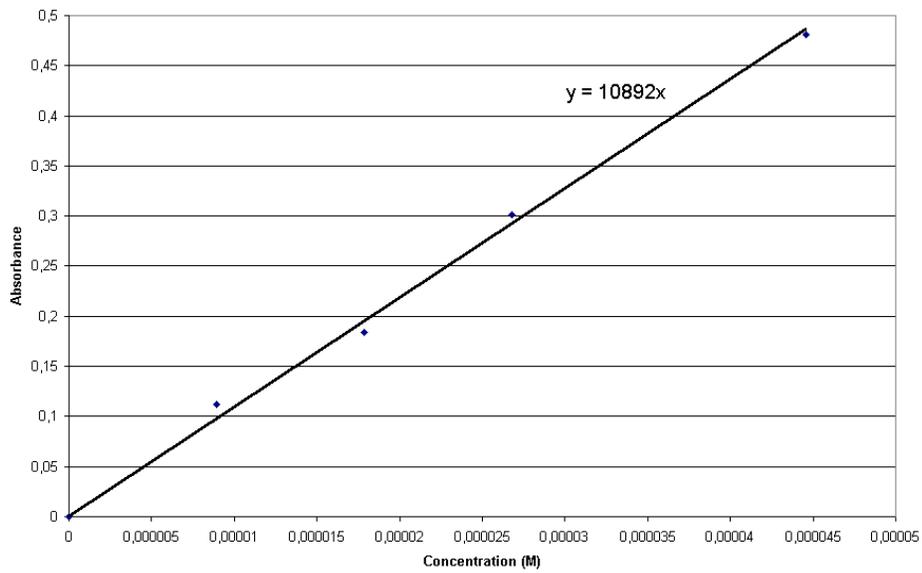
ANNEXE 2

Annexe 2 : Détermination de la longueur d'onde optimale

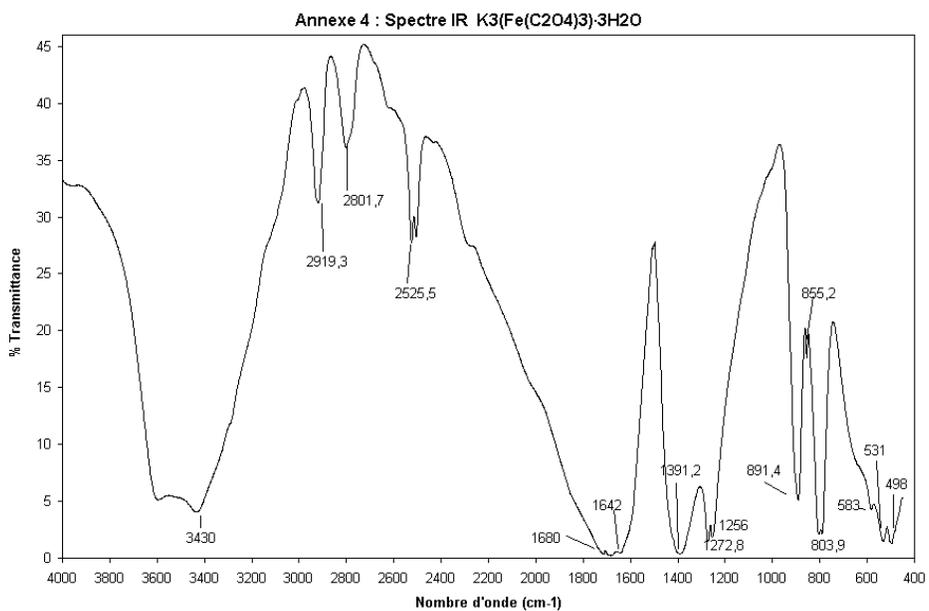


ANNEXE 3

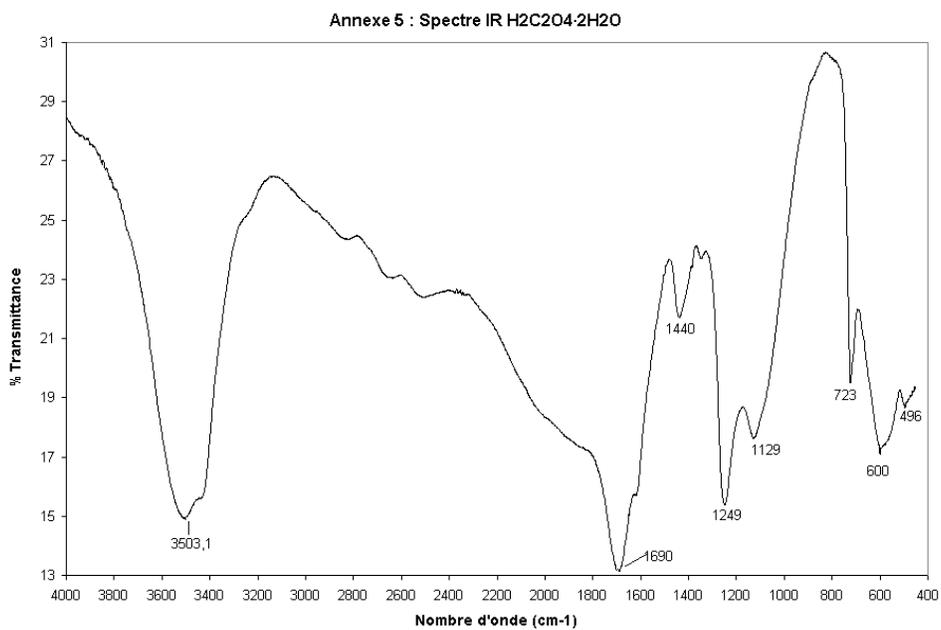
Annexe 3 : Courbe d'étalonnage de la concentration de fer(II)



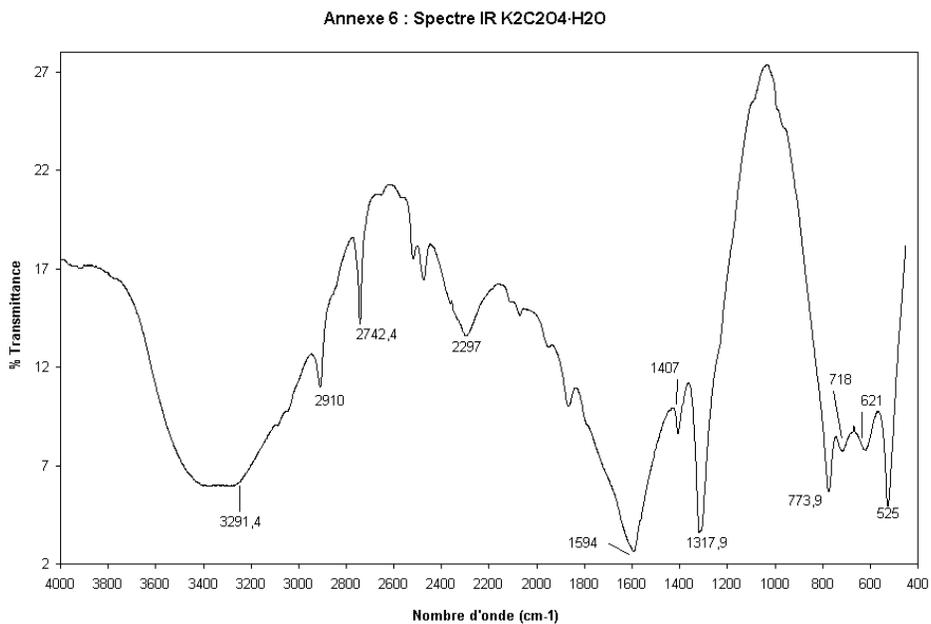
ANNEXE 4



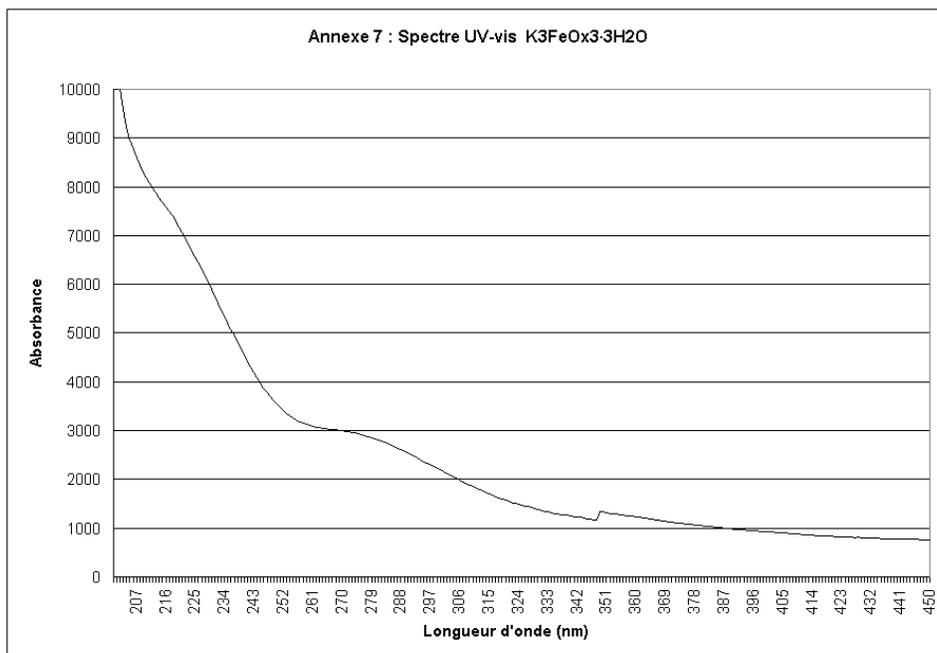
ANNEXE 5



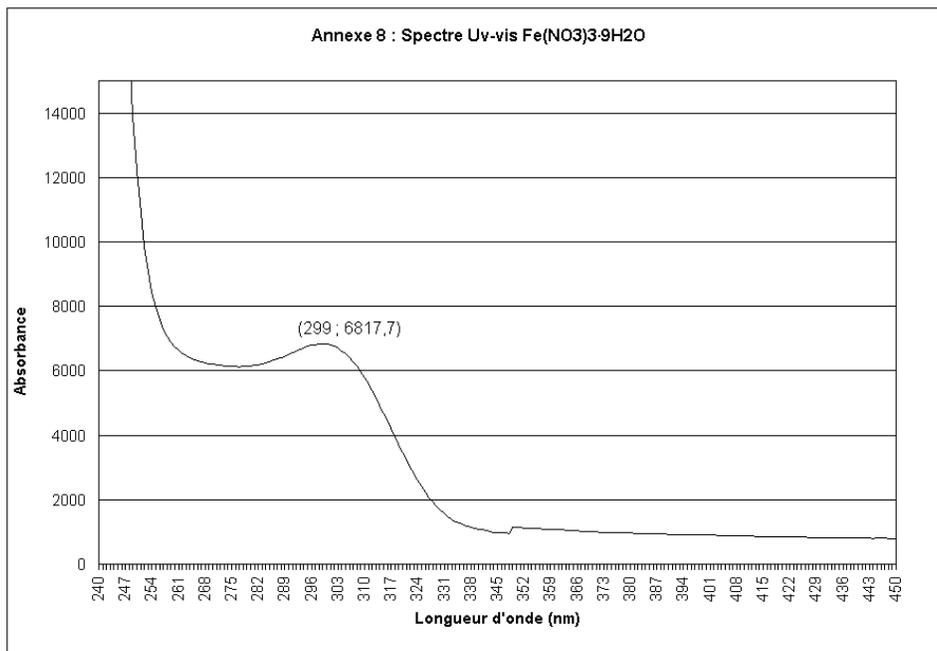
ANNEXE 6



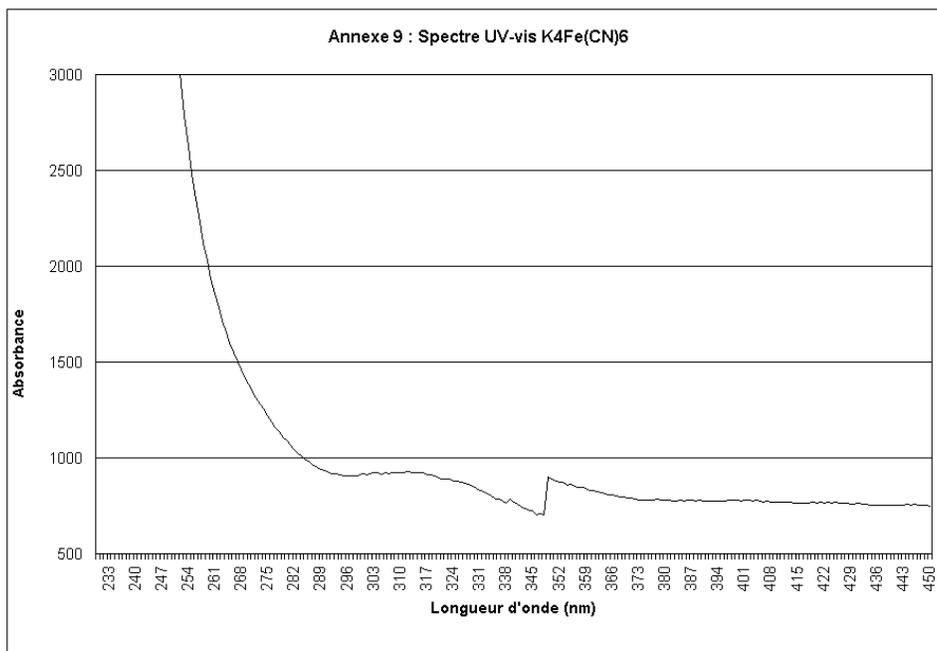
ANNEXE 7



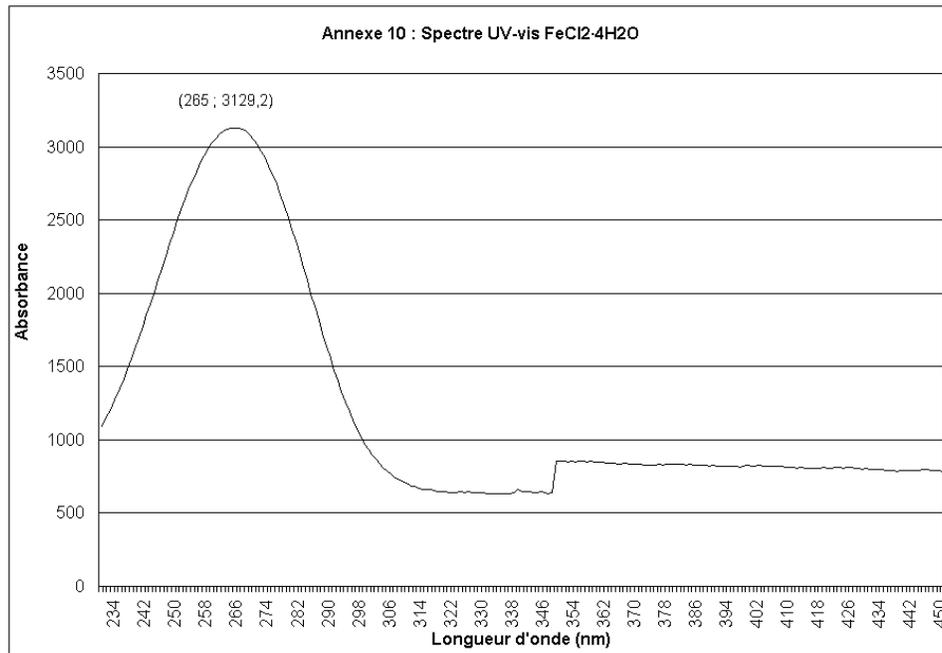
ANNEXE 8



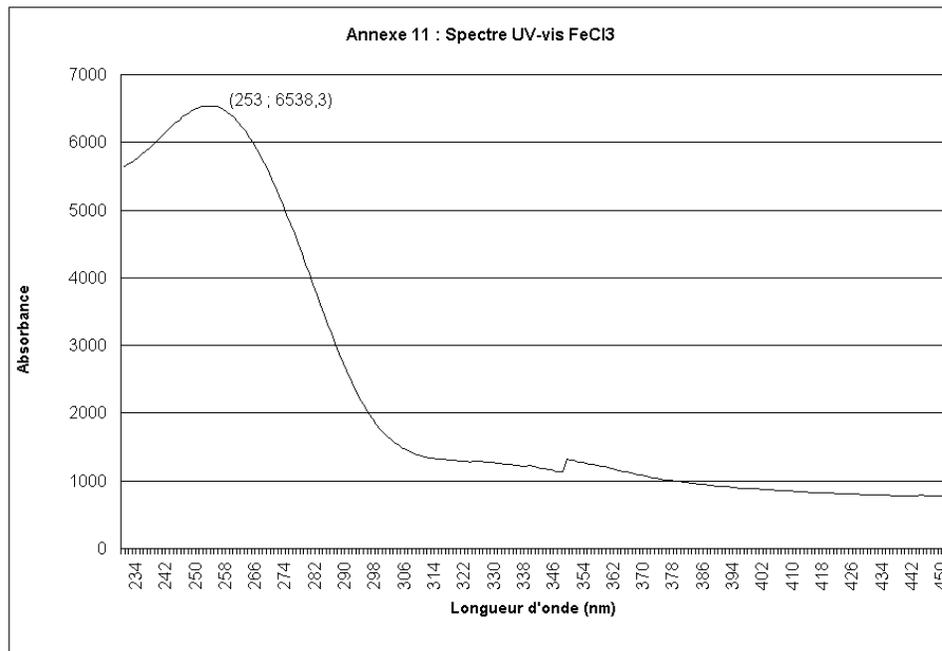
ANNEXE 9



ANNEXE 10

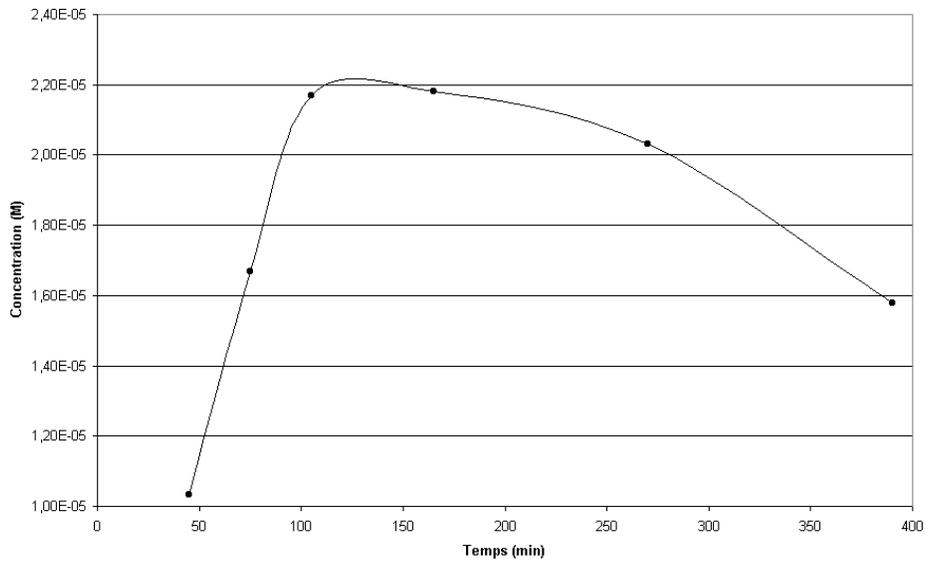


ANNEXE 11



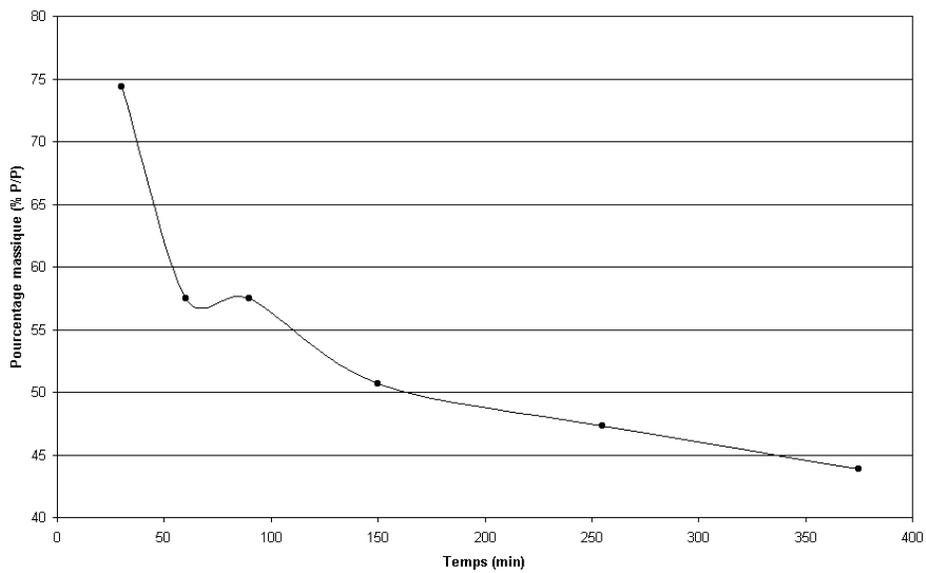
ANNEXE 12

Annexe 12 : Concentration de Fer(II) pendant la décomposition



ANNEXE 13

Annexe 13 : Pourcentage d'oxalate pendant la décomposition



BIBLIOGRAPHIE

ARAVAMUDAN, G., GOPALAKISHNAN, J., UDUPA, M.R. « Preparation and properties of potassium trioxalatoferate(III) trihydrate », *Journal of Chemical Education*, volume 51, number 2, February 1974, p. 129.

BEAUCHAMP, A.L. Préparation de $K_3(FeC_2O_4)3H_2O$, notes du laboratoire CHM2280, (adaptées de Palmer, *Experimental inorganic chemistry*, Cambridge University Press, 1965, p. 519).

BEAUCHAMP, A.L. « Généralités sur la spectroscopie infrarouge et la colorimétrie par UV-visible », notes du laboratoire CHM 2280.

BEAUCHAMP, A.L. « Mesure du moment magnétique », notes du laboratoire CHM2280.

BLONDEAU, Pierre. *Initiation à la chimie organique*, Gaëtan Morin éditeur, volume 1, Montréal, 1997, pp 75 à 78.

CHANG, Raymond, PAPILLON, Luc. *Chimie fondamentale*, éditions de la Chenelière inc., Montréal, 1998, pp 530-532

CHARLOT, Gaston. *Dosage absorptiométrique des éléments minéraux*, éd. Masson, Paris, 1978, pp 246-247.

DAY, R.A., UNDERWOOD, A.L. *Quantitative analysis*, ed. Prentice-Hall, 5th edition, New Jersey, 1986, pp 701-703.

NAKAMOTO, Kazuo. *Infrared spectra of inorganic and coordination compounds*, éd. John Wiley and Sons Inc., 1963, p. 234.

Iron gall ink corrosion : www.knaw.nl/ecpa/ink