

TP n°18

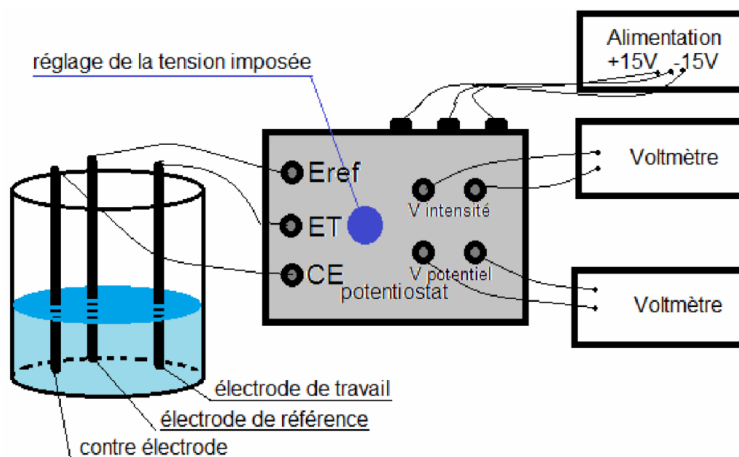
Tracé de courbes courant-potentiel

connaissances requises	Cinétique électrochimique, potentiométrie
but du TP	Tracer des courbes courant-potentiel pour différents couples, identifier les paramètres d'influence
matériel	<p>potentiostat avec électrodes de graphite, platine, zinc et calomel</p> <p>2 béchers de 100 mL, éprouvette graduée de 50 mL, fioles jaugées de 50 mL et 100 mL</p> <p>KCl à $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$; $\text{Zn}_{(\text{aq})}^{2+}$ à $0,5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$; $\text{Fe}_{(\text{aq})}^{3+}$ à $0,2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$; $\text{Fe}_{(\text{aq})}^{2+}$ à $0,2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ (au moins 100 mL)</p>

1) Présentation du dispositif expérimental

Le dispositif expérimental nécessite 3 électrodes : une électrode de travail (ET) qui fait partie du système électrochimique étudié, une électrode de référence (ER) permettant de mesurer le potentiel de l'électrode de travail et une contre électrode (CE) permettant de faire passer un courant dans le système. L'électrode de référence utilisée ici est une électrode au calomel avec $E_{ref} = 0,248 \text{ V}$. Le potentiostat est alimenté en $\pm 15 \text{ V}$ et présente deux sorties de tension :

- entre ET et ER, image du potentiel de l'électrode de travail
- proportionnelle au courant traversant le système ($1 \text{ V} \leftrightarrow 1 \text{ mA}$).



Remarque : Le passage d'un courant dans la solution provoque une légère variation de celle-ci en changeant les concentrations ou en faisant apparaître des espèces en solution. Le passage de courant dans les électrodes peut également changer leur état de surface par oxydation ou adsorption de gaz (dihydrogène par exemple). Pour toutes ces raisons, il est nécessaire de prendre un certain nombre de précautions :

- effectuer les mesures rapidement et toujours dans le même sens de variation du potentiel
- toujours commencer les mesures avec une électrode de travail propre
- faire les relevés avec le même protocole (par exemple environ 5 secondes après avoir modifié la position du curseur du rhéostat et en commençant par la lecture de tension entre ET et ER).

⚠ Entre deux séries de mesures, éteindre l'alimentation du potentiostat ⚠

2) Travail expérimental

1 - Influence du solvant

Pour cette série de mesures, on utilisera :

contre électrode : **graphite** | électrode de référence : **calomel** | électrode de travail : **platine**

On dispose d'une solution de chlorure de potassium ($K^+; Cl^-$ en solution aqueuse) de concentration $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.

- ♣ Avec l'éprouvette et la fiole à votre disposition, réaliser 100 mL de solution diluée deux fois.
- ♣ Placer l'ensemble de la solution dans le bécher de mesure et faire l'acquisition des points de mesure entre $-1,5 \text{ V}$ et $1,5 \text{ V}$ (par pas de $0,1 \text{ V}$).
- ♣ Tracer la courbe à l'aide de Régressi. Conclusions.

2 - Couple du zinc, palier de diffusion

Pour ces séries de mesures, on utilisera :

contre électrode : **graphite** | électrode de référence : **calomel** | électrode de travail : **zinc**

On effectue le tracé des courbes pour 3 différentes concentrations en ions Zn^{2+} .

⚠ On veillera à ce que l'électrode de travail touche le fond du bécher, pour que les trois expériences soient effectuées dans les mêmes conditions. Bien nettoyer les électrodes après chaque série de mesure.

- ♣ Placer les électrodes et 100 mL de la solution de base dans le bécher de mesure et effectuer les mesures entre $-1,2 \text{ V}$ et $0,85 \text{ V}$ (par pas de $0,01 \text{ V}$).
- ♣ Diluer deux fois la solution de base (avec l'éprouvette et la fiole) et refaire l'expérience avec 100 mL de la nouvelle solution.
- ♣ Diluer deux fois la solution précédente et refaire l'expérience avec 100 mL de la nouvelle solution.
- ♣ Tracer les trois courbes sur un même graphique. Conclusions.

3 - Couple du fer, potentiel de demie vague

Pour ces séries de mesures, on utilisera :

contre électrode : **graphite** | électrode de référence : **calomel** | électrode de travail : **platine**

On dispose d'une solution de fer II de concentration $0,2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ et d'une solution de fer III de même concentration.

- ♣ Avec l'éprouvette et la fiole à votre disposition, réaliser 100 mL de la solution de fer II diluée deux fois.
- ♣ Placer l'ensemble de la solution dans le bécher de mesure et effectuer les mesures entre $0,1 \text{ V}$ et $0,7 \text{ V}$ (par pas de $0,05 \text{ V}$).
- ♣ Refaire l'expérience avec 100 mL d'une solution équimolaire de fer II et fer III.
- ♣ Tracer les deux courbes sur un même graphique, déterminer le potentiel de demi-vague. Conclusions.