

Manipulations

Références pour les techniques expérimentales :

(Bernard, 2018) et (Ribeyre, 2014) p 1037 chapitre « chimie organique expérimentale »

Titre	Référence	Leçons
1. Réduction du benzile par le borohydrure de sodium	(Blanchard, 1987) p 303	6 13 D
But : Réaliser la synthèse d'un composé de stéréochimie particulière.		
Modification : Pierre ponce inutile, c'était le moyen d'agiter quand on n'avait pas d'appareil qui chauffaient et agitaient en même temps (désuet). Pas besoin de filtrer à chaud normalement, il n'y a pas de précipité.		
2. Saponification du salicylate de méthyle	(Olmsted, 1998) JCE ³ Vol 75 No 10 Octobre 1998 p1261	4 10 12 D
But : Hémisynthèse du précurseur de l'aspirine		
Information : En chimie, une <u>hémisynthèse</u> est la synthèse chimique d'une molécule réalisée à partir de composés naturels possédant déjà une partie de la molécule visée. <u>Saponification</u> : (Fosset, Baudin, & Lahitète, PC/PC* Chimie tout-en-un, 2016) p 721		
CCM : éluant 60mL acétate d'éthyle + 40mL cyclohexane + 10-5mL acide éthanoïque pas testé		
3. Métallation de la méso-tétraphénylporphyrine	(Daumarie, 2002) p 50	5 12
But : Synthèse d'un composé bio-inorganique, étude du spectre		
Information : demander le composé commercial pour faire juste le spectre		
4. Synthèse du Fe(acac)3	(Martinand-Lurin, 2012) p209	5 D
But : synthétisé un complexe		
Informations : solubilité Fe(acac) ₃ dans l'eau à température ambiante = 2g.L ⁻¹ = 4,5.10 ⁻⁵ mol ; attention FeCl ₃ hexahydraté.		
5. Synthèse de l'indigo	(Le Maréchal & Barbe, La chimie expérimentale (2. chimie organique et minérale), 2007) p 136	1 9 D
But : Synthèse d'une espèce colorée		
6. Réaction de polyaddition radicalaire : le polystyrène	(Le Maréchal & Barbe, La chimie expérimentale (2. chimie organique et minérale), 2007) p 111	3 10 D
But : montrer la synthèse d'un polymère par réaction de polyaddition		
Modification : ne pas mettre en ballon avec agitation ça prend en masse.		
7. Réaction de polycondensation : le nylon	(Le Maréchal & Barbe, La chimie expérimentale (2. chimie organique et minérale), 2007) p 119	3 D
But : montrer la synthèse d'un polymère par réaction de polycondensation		
Modification : verser la φ_{aq} le long d'une baguette de verre		

³ Voir Annexe II

8. Réaction solide/solide	@melscience	4
But : Montrer une réaction visuelle sans solvant par contact solide		
Informations : Chlorure de cobalt CoCl_2 /Thiocyanate d'ammonium NH_4SCN . Formation de $[\text{Co}(\text{SCN})_4]^{2-}$ (bleu de cobalt)		
9. Diagramme binaire Pb-Sn	(Daumarie, 2002) p 172	19 D
But : réaliser une courbe de refroidissement d'un mélange binaire.		
10. Mélange phénol-menthol	JCE 1990 Hudson ⁴ p156	19 D
But : fusion de deux solides au contact, création d'un mélange binaire		
Modification : Pour la rendre « wow » projeter lors de la mise en contact avec un rétroprojecteur. Forme la plus abondante dans la nature (-) menthol (1R,2S,5R). Phénol en équilibre avec sa forme tautomérique $T_{\text{fus}} = 40,5^\circ\text{C}$		
11. Produit de solubilité de PbI_2	(Cachau-Herreillat, Red-Ox, 2011) p 317 (250)	(8) 11 21 (22) (24) 28 D
But : Détermination du K_s par spectrophotométrie		
Information : $\lambda_{\text{max}} = 460\text{nm}$; Volume à prélever sur la solution saturée plus loin dans le protocole = 2mL ; Attention solutions étalon non stable car oxydation par O_2 dissous.		
12. Déplacement thermique d'équilibre : Échange de ligand	(Porteu-de Buchère, 2008) p 69	
But : Montrer l'influence de la température sur un équilibre entre ligands		
Information : Qualitative avec Cu ; $[\text{CuCl}_4]^{2-}$ est jaune ; Quantitative avec Co voir exp 19		23 25 D
13. Le chou rouge	(Cachau-Herreillat, Des expériences de la famille Acide-Base, 2005) p 165 (Durupthy & Durupthy, 1987) BUP 694 p 665	
But : échelle de teinte colorimétrique en fonction du pH		1 14 D
Modification : Minimum d'eau, max de chou rouge coupé fin pour être concentré. Ne pas chauffer, mais plutôt broyer. Forme basique (jaune) instable = irréversibilité progressive		
14. Solubilité de NaCl par conductimétrie	(Mesplède & Randon, 100 manipulations de chimie, générale et analytique, 2004) p188 et 111	11 28 D
But : Mesure d'une solubilité par conductimétrie (pas du K_s !)		
Information : Attention ne pas assimiler activité et concentration, solubilité trop élevée ; $s(20^\circ\text{C}) = 358,5 \text{ g.L}^{-1}$		
15. Constante de partage du diiode	(Daumarie, 2002) p125	16
But : mesurer la constante de partage d'un élément entre deux phases		
Modification : masse diode à dissoudre à diviser par 4 à 10 environ. Il faut recalculer tout.. Solvant changé entre édition 1 et 2 mais le protocole n'a pas été ajusté. /\ très long /\ Écraser le diiode à dissoudre peu aider. Voir manip 36		

⁴ Voir Annexe I

16. Mesure de l'enthalpie standard de réaction de formation de l'eau	(Cachau-Herreillat, Des expériences de la famille Acide-Base, 2005) p 129 et 84	14 21 20 23 D
But : mesure calorimétrique s'une enthalpie de formation.		
<i>Modification</i> : dosage NaOH et HCl que s'il y a le temps ; 70mL H ₂ O – 20mL HCl – 30mL NaOH => $\Delta T = 4^{\circ}\text{C}$; augmenter la précision de m_T en mettant le calo sur balance (n'a de sens que si T précis).		
17. Isomérisation photochimique de l'azobenzène	(Bataille, Physique Chimie 1ère S, 2011) Physique chimie 1ère S, Belin, 2011, p 116	13 D
But : synthèse photochimique d'un isomère Z-E		
<i>Ressource théorique</i> : (Dumas, 2001) L'indispensable en cinétique chimique, p 56, fiche 15 « photochimie »		
18. Synthèse et dosage de l'eau de Javel	(Cachau-Herreillat, Red-Ox, 2011) p 337 et 391 (264/292) – (Vignes, Durliat, & Joffin, L'eau de Javel : sa chimie et son action biochimique, 1997)	5 24 27 29 D
But : Montrer l'électrosynthèse de l'eau de Javel		
<i>Information</i> : Si solution devient verte (oxyde de fer) générateur dans le mauvais sens ; bien mettre l'acide après KI.		
19. Thermochromisme du cobalt	BUP 999 décembre 2017 (Piard, et al., 2017) p 1221	21 23 25 D
But : Montrer l'influence de la température sur la constante d'équilibre		
<i>Modification</i> : longueur d'onde de travail = 670nm ; pas de spectro thermostaté, prise de température à la volé avec le thermocouple (agitation dans la cuve) ; partie « 3. Etude du thermochromisme » p 1239		
20. Dismutation de Canizzaro	(Blanchard, 1987) p 301 (Barilero, 2009) p 161	2 6 9 16 D
But : Montrer l'intérêt des solvants pour différentes étapes.		
<i>Modifications</i> : bain d'huile -> chauffe ballon ; ajout par ampoule de coulée ; ballon trouble, ajout d'eau = limpide (orange) ; à l'ajout de diéthyléther précipité à redissoudre avec de l'eau ; $\text{pH} = 6 \rightarrow \text{pH} < 4$ soit $\text{pK}_a - 1$; si recristallisation à l'eau		
21. Méthode de Winkler : titrage du dioxygène dissous dans l'eau	(Cachau-Herreillat, Red-Ox, 2011) p 413	24 D
But : Titrer le dioxygène dissous dans l'eau. Se balader sur le diagramme E-pH		
Information :		
22. Potentiel de Flade du Fer	(Cachau-Herreillat, Red-Ox, 2011) p268	26 D
But : tracer la courbe i-E du fer avec identification des zones d'immunité, de corrosion et de passivation.		
<i>Synchronie</i> : Potentiostat branchements : Alim/ V+/ V-/ I/ COM / Ref/ T/Aux A la Sysam : canal 0 : EA0 = V+/ EA4 = V- ; canal 1 : EA1 = I/ EA5 = COM Synchronie > paramètres > Cliquer sur EA0 et le cocher : automatique -5V/+5V Acquisition > choisir nbr pts/ durée Courbes > EA04 > abscisse EA04/ linéaire/V + échelle abs $\mp 2\text{V}$ ord $\mp 12\text{V}$ Courbes > EA05 > abscisse EA04/ linéaire/V + échelle abs $\mp 2\text{V}$ ord $\mp 12\text{V}$		

Exécuter > acquérir signal		
<i>Information</i> : La surface de fer immergée doit être très petite pour voir la passivation sinon on sature très vite. Utiliser un clou épouser + bouchon à trou.		
23. Séparation des pigments des épinards	(Daumarie, 2002) p 167	
But : Montrer l'extraction de pigments		1
But : Montrer la séparation par chromatographie sur colonne/couche mince		2
But : Montrer l'identification par spectre UV-Visible		16
<i>Information</i> : Substrat colonne alumine ou silice (mieux). L'ajout du substrat se fait « humide » pour éviter les poches d'air : silice + éluant mélangés dans un bécher puis ajouté à la colonne. /!\ Colonne toujours humide. Dans pipette pasteur rapide et classe (mais on ne gère pas le débit), dans burette c'est un peu « fat ». La chromatographie sur colonne est au programme de la 1 ^{ère} STL		D
24. Vérification de la loi de Nernst	(Cachau-Herreillat, Red-Ox, 2011) p 227	
But : Tracer le potentiel en fonction du rapport de concentration		11
<i>Modification</i> : La burette implique de la dilution et des calculs pour lesquels on a par forcément le temps. On peut faire des points « non continus » avec des mélanges à concentration connue (sans burette). Et pour zéro dilution : passer en pile (voir 31)		D
25. Corrosion du Fer	(Cachau-Herreillat, Red-Ox, 2011) p 166 (158)	
But : Étude colorimétrique de la corrosion du fer		24
<i>Information</i> : Mettre moins d'hexacyanoferrate (divisé par 2 ou 3) et plus de phénolphthaléine. Pour l'agar-agar 4g/300mL suffisent pour une prise en 10min. Si plus, ça prend très(trop) vite. Précipité bleu de Prusse $\text{Fe}^{\text{II}}\text{-CN-Fe}^{\text{III}}\text{-NC-Fe}^{\text{II}}$ structure hexa.		26
		D
26. Photochromisme de la $\text{NO}_2\text{-BIPS}$	(Piard, et al., 2018) BUP 1002 p 471	
Manip à explorer plein de choses dessus thermo/cinétique/effet de solvant, mais découverte trop tard ☹		8
<i>Ressource théorique</i> : (Dumas, 2001) L'indispensable en cinétique chimique, p 56, fiche 15 « photochimie »		
27. Expérience de la pluie d'or	(Le Maréchal & Nowak-Leclercq, La chimie expérimentale (1. Chimie générale), 2000) p 229 (aussi mesplède p190)	
But : Montrer l'augmentation de la solubilité avec la température		28
<i>Information</i> : Chauffer au décapeur thermique, ça prend bien 1-2min.		D
28. Expériences de solubilité	(Porteu-de Buchère, 2008) p 266	
But : Manipulations qualitatives sur la solubilité		28
		D
29. Dissolution endothermique du nitrate d'ammonium NH_4NO_3	@melscience	
But : Montrer l'endothermicité d'une dissolution		20
<i>Modification</i> : Pour la rendre « wow » mélanger au moment de la dissolution		D

avec un fin tube à essai contenant un peu d'eau, ça gèle ! <i>Valeurs :</i> 40mL+10g= 26→13°C ; 40mL+20g= 26→4°C ; 30mL+30g= 26→ -1,5°C ; 20mL+30g=26→ -0,5°C limite de solubilité : 1190g.L ⁻¹ (0°C) /1900 g.L ⁻¹ (20°C)		
30. Mise en évidence de la saturation sélective	(Le Maréchal & Nowak-Leclercq, La chimie expérimentale (1. Chimie générale), 2000) p 226	28 D
But : Montrer qu'une solution n'est pas saturée intrinsèquement.		
<i>Information :</i> coloration verte car formation de CuCl ₄ ²⁻ .		
31. Mesure de la fém de la pile Daniell	(Cachau-Herreillat, Red-Ox, 2011) p222 (voir p243 complément) (Le Maréchal & Nowak-Leclercq, La chimie expérimentale (1. Chimie générale), 2000) p 56	21 27 D
But : Mesurer la fém standard pour remonter à la constante d'équilibre de la réaction		
<i>Information :</i> Facile. Rapide. Tout ce qu'on aime.		
32. Mesure de l'enthalpie de réaction de la pile Daniell	(Cachau-Herreillat, Red-Ox, 2011) p213 (voir p243 complément)	21
But : Mesurer une variation de température nous permettant de calculer l'enthalpie de réaction		
<i>Information :</i> pas testé - /!\ retours négatifs dessus de la part d'autre agrégatifs. Pour remplacer voir manip 19 pour l'aspect thermo, ou manip 16 pour Δ _r H°		
33. Réaction d'estérification : utilisation du Dean Stark	(Le Maréchal & Barbe, La chimie expérimentale (2. chimie organique et minérale), 2007) p 86	23 25 D
But : Montrer le déplacement d'équilibre par retrait d'un produit.		
<i>Modification :</i> comparer avec et sans reflux la masse d'eau produite donc rendements différents.		
34. Dismutation des ions thiosulfates en milieu acide	(Mesplède & Randon, 100 manipulations de chimie, générale et analytique, 2004) p 194	8 22 25 D
But : étude des facteurs cinétiques : température et concentration		
<i>Information :</i> Expérience à réaliser sur un rétroprojecteur avec une croix en dessous du bécher.		
35. Électrolyse de l'eau	(Cachau-Herreillat, Red-Ox, 2011) p 248 et 252 (222) (Le Maréchal & Nowak-Leclercq, La chimie expérimentale (1. Chimie générale), 2000) p 171	4 27
But : Montrer la conversion d'énergie électrique en chimique.		
<i>Modification :</i> Éprouvettes graduées retournées pour mesure du volume des gaz. Électrolyte Na ₂ SO ₄ .		

36. Illustration colorée du principe d'une ampoule à décanter par le 2,6-dichloroindophénol	(Daumarie, 2002) p150	2 16 D
But : Montrer qualitativement l'extraction liquide-liquide par modification des propriétés du solvant.		
Information : Chloroforme = orange ; diéthyléther = rose. Chloroforme plus toxique, marche bien avec diéthyléther. Peut-être remplacée par l'extraction du diiode dans l'eau par cyclohexane en qualitatif (mais franchement moins bien).		
37. L'accumulateur au plomb	(Le Maréchal & Nowak-Leclercq, La chimie expérimentale (1. Chimie générale), 2000) p 201	27
But : Montrer la charge et la décharge d'un accumulateur		
Information : Marche très bien d'après Théo. Attention à la première charge		
38. Étude de la chute ohmique de la pile Daniell	(Le Maréchal & Nowak-Leclercq, La chimie expérimentale (1. Chimie générale), 2000) p 190	27
But : Déterminer la résistance du au pont salin, à la solution électrolytique ainsi qu'aux électrodes.		
Information : Les multimètres de chimie bof, prendre un vrai de physique ☺		
39. Synthèse d'un plastique de pomme de terre	(Moteurelec90, 2015) https://www.youtube.com/watch?v=NMtK5yEXP0Q (Marsat & Niederberger, 2012) p 144	3 4 D
But : Synthèse d'un polymère bio-sourcé		
Information : proportions 16g/300mL/6mL Orange (4g/50mL/1mL) ; Jaune (2,67g/50mL/2mL) ; Vert (2g/50mL/1mL) ; Rouge (2.67g/50mL/2mL)		
40. Tracé des courbes $i = f(V)$ pour un système rapide (Fe^{3+}/Fe^{2+})	(Cachau-Herreillat, Red-Ox, 2011) p 256 (226)	29
But : Mettre en évidence la cinétique des réactions des ions Fer au contact du platine		
Information : Montage à trois électrodes avec potentiostat mieux mais si problème ça se fait très bien à la main.		
41. Tracé des courbes $i = f(V)$ pour un système lent : couples de l'eau	(Cachau-Herreillat, Red-Ox, 2011) p ? (222)	29
But : Définir la nature des réactions aux électrodes, les surtensions et mettre en évidence la cinétique des réactions		
Information : Montage à trois électrodes avec potentiostat mieux mais si problème ça se fait très bien à la main.		
42. Suivi conductimétrique d'un dosage acide-base	(Le Maréchal & Nowak-Leclercq, La chimie expérimentale (1. Chimie générale), 2000) p 161	7
But : réaliser un titrage conductimétrique		

43. Quelques expériences sur la stabilité relative des halogènes et des halogénures	(Cachau-Herreillat, Red-Ox, 2011) p 146 (édition 1) (Fosset, Baudin, & Lahitète, PCSI Chimie tout-en-un, 4eme édition, 2016) p 131	17
But : créer une classification du pouvoir oxydant des halogènes		
44. Précipitation des ions halogénures	(Fosset, Baudin, & Lahitète, PCSI Chimie tout-en-un, 4eme édition, 2016) p 133	17
But : montrer les propriétés similaires d'une triade		
Information : utiliser KCl, KBr, KI et AgNO3, Pb(NO3)2 – PbBr2 ?		
45. Propriété réductrice des alcalins et alcalino-terreux dans l'eau	(Fosset, Baudin, & Lahitète, PCSI Chimie tout-en-un, 4eme édition, 2016) p 130	17 24
But : Montrer les propriétés réductrices du bloc s		
Information : cristallisoir rempli d'eau avec phénolphtaléine, petits morceaux. <u>La caléfaction</u> (du latin <i>calefacere</i> : chauffer) est un phénomène d'isolation thermique d'un liquide par rapport à une surface chauffante ayant atteint une température seuil T_s supérieure à la température d'ébullition du liquide T_e . Ce phénomène est dû à la formation d'une couche de vapeur entre la surface chauffante et le liquide, rendant le transfert thermique beaucoup plus lent. (Source wikipedia)		
46. Propriété oxydante des halogénures	(Fosset, Baudin, & Lahitète, PCSI Chimie tout-en-un, 4eme édition, 2016) p 132	17
But : Montrer les propriétés oxydantes des halogénures. Introduire le titrage iodométrique.		
Information : Montrer avec d'autres espèces que les halogènes oxydent... wow ^^		
47. Réaction entre les couples Fe^{III}/Fe^{II} et I_2/I^-	(Mesplède & Randon, 100 manipulations de chimie, générale et analytique, 2004) p 150	24
But : Montrer la limitation des potentiels standards pour prévoir le sens de la réaction spontanée entre deux couples ox-red + Caractériser l'élément fer à différents degrés d'oxydation.		
Modification : Quelques expériences sur différents degrés d'oxydation de l'élément fer : (Cachau-Herreillat, Red-Ox, 2011) p 161 (151) pour caractériser les espèces obtenues		
48. Action des ions H^+ sur les métaux	(Cachau-Herreillat, Red-Ox, 2011) p 187 (163)	24
But : Montrer que seul certains métaux sont oxydés par des ions H^+		
49. Détermination de la longueur de liaison Cu-Cu et Na-Cl	(Le Maréchal & Dunac, 2019) p 132	18
But : Mesurer une longueur de liaison métallique et ionique par pycnométrie		
Modifications : pas de pycnomètre (à ma connaissance) donc utilisation d'une fiole jaugée à la place. Pas testé.		

50. Réaction des ions iodure avec les ions peroxodisulfate	(Mesplède & Randon, 100 manipulations de chimie, générale et analytique, 2004) p 199	8 22
But : Étude de la cinétique d'une réaction chimique lente		
Information : Classique qui marche très bien. Ordre 1 par rapport à chacun des réactifs.		
51. Condensation aldolique (Chalcone)	(Martinand-Lurin, 2012) p 254	4
But : Effectuer une synthèse sans solvant		
Information : pas testé mais de bons retours.		
52. Suivi temporelle d'une synthèse organique par CCM	(Dulaurans & Durupthy, Physique Chimie TleS enseignement spécifique, 2012) p232	8
But : Suivi temporelle d'une synthèse organique par CCM		
Information : pas testé. Référence sur un bouquin de TS shame on me..		
53. Étalonnage d'une solution de $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$, par une solution de sel de Mohr $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2, 6 \text{H}_2\text{O}$	(Cachau-Herreillat, Red-Ox, 2011) p 131 (Bernard, 2018) p 59	11
But : Réaliser un titrage potentiométrique		
Information : pas testé mais de bons retours.		
54. Solubilité comparée de l'acide maléique et fumarique	(Rabier, 1995) BUP 777 p 1575 + (Le Maréchal & Barbe, La chimie expérimentale (2. chimie organique et minérale), 2007) p 6	13
But : Montrer l'influence de la polarisation + liaisons hydrogène		
But : Montrer la différence des propriétés physico-chimique de diastéréoisomères		
Information : pas testé mais de bons retours.		
55. Chiralité et odeur	(Le Maréchal & Barbe, La chimie expérimentale (2. chimie organique et minérale), 2007) p16	13
But : Montrer la propriété chirale des récepteurs olfactifs		
Information : trop concentré = récepteurs saturés.		
56. Point de fusion d'énantiomères et leur mélange racémique	(Le Maréchal & Barbe, La chimie expérimentale (2. chimie organique et minérale), 2007) p 21	13 (19)
But : montrer les propriétés identiques de deux énantiomères		
But : montrer l'abaissement de T_f pour un mélange binaire		
Information : pas testé et aucun retour.		
57. Titrage de l'iode contenu dans une solution de Bétadine®	(Cachau-Herreillat, Red-Ox, 2011) p 399 (300)	12
But : Doser un antiseptique		
Information : simplement un dosage diode/thiosulfate.		