

Matériels

Supports

- Potence + Noix + Pince 2 doigts + Pince 3 doigts
- Pince à burette
- Anneau pour potence (pour ampoule à décanner)
- Support élévateur
- Support électrode
- Support en bois (pour filtrage sans Büchner)

Verrerie

- Pipette “jaugée 2 traits” ou graduée + Propipette
- Burette + Pince à burette
- Verre à Pieds
- Cristalliseur
- Bécher
- Erlen Meyer + Bouchon
- Fiole jaugée + Bouchon
- Réfrigérant + Pince 3 doigts + tuyau caoutchouc
- Colonne Vigreux / Colonne à distillation + Allonge à distiller + Pis de vache
- Ballon monocol / bicol / tricol + Bouchon “col” + Valet
- Büchner ou Fiole à vide + papier filtré / coton + tuyau à vide
- Entonnoir Büchner ou fritté + cône en caoutchouc
- Ampoule à décanner + Bouchon + Anneau pour potence
- Tube à essai
- Pont Salin
- Boîte de pétri
- Ampoule de coulée + bouchon verre
- bécher thermostaté
- Ampoule de garde + ballon Rotavap
- Dean Stark

Extra :

- Spatule + Coupelle de pesée (Balance)
- Bouchon en verre rodé
- Entonnoir plastique / verre
- Pipette pasteur
- Barreau (ou olive) magnétique / Tige magnétique
- Tuyau caoutchouc / Tuyau à vide
- Valet
- Papier filtré / coton + Entonnoir Büchner ou fritté + cône en caoutchouc
- Clips
- Pis de vache
- Adaptateur pour thermomètre
- Papier de verre (abrasif)

Electrodes :

- pH : Electrode de verre + Référence Ag/AgCl + garde (protection avec KCl ou KNO₃)
- pH : Electrode combinée (verre + référence Ag/AgCl en même temps)
- Conductivité : Cellule (sonde) conductivité en platine
- Potentiel Redox avec multimètre ou potentiomètre : Electrode (Ag ou Pt) + Référence Ag/AgCl
- Montage 3 électrodes : Travail (Pt ou Ag) + Contre-electrode (platine) + Référence (Ag/AgCl)

Machines

- Polarimètre de Laurent
- Evaporateur rotatif (rotavap)
- Conductimètre (**à calibrer**)
- pHmètre (**à calibrer**)
- Spectrophotomètre (**faire le vide**)
- Agitateur magnétique (+ chauffant)
- Chauffe ballon (et agite)
- Bain thermostaté
- Thermocouple
- Réfractomètre
- Banc Köfler (**à calibrer**)
- Chambre noir (UV pour CCM)
- Multimètre - Potentiomètre

Sécurité Labo

Gant Latex (blanc) : produit minéral / solutions aqueuses

Gant Nitrile (bleu) : produit organique mais plus chers

La hotte aspirante (la sorbonne)

La douche

Le rince-œil

La couverture anti-feu

Urgences - Secours : 112

SAMU : 15

Pompiers : 18

Techniques

Fiole

- avec verre rodée = bouchon en verre
- lors de la dilution, ajouter un peu d'eau avant d'ajouter la solution à diluer.

Propipette

- A pour dégonfler / S pour aspirer / E pour vider solution

Burette (titrage)

- On la remplit avec en bas un bécher poubelle
- On remplit avec en haut un entonnoir
- On vide l'air en bas de burette avant de titrer

Titration

- Faire une simulation sur Dozzaqueux et la montrer pendant la leçon
- Si Volume équivalent est bas (2mL par ex), on dilue le titrant (5x pour arriver à 10mL) et comme ça on diminue les erreurs car l'incertitude (de la burette) est fixe.
- Si on trouve pas de V_{eq} par Dozzaqueux (cela veut dire qu'on a utilisé toute la burette mais ça suffit pas) donc augmenter la $[]$ du titrant ou bien diminuer le volume de l'espèce à titrer.
- **colorimétrie** : Mettre papier blanc sur l'agitateur pour mieux voir le contraste de couleur
- **pHmétrie** : il faut calibrer le pH-mètre par 2 solutions avec solution tampon pH 7 puis une autre (4 ou 10)
- **pHmétrie** : soit 2 électrodes (verre + référence AgCl/Ag) soit 1 électrode combinée. Pas d'électrode de Calomel car c'est un CMR (contient mercure)
- **pHmétrie** : si on a Ag^+ dans le bécher, on ajoute une garde (protection) au bout de l'électrode de référence AgCl/Ag et on la remplit par KCl ou KNO_3 saturée
- **Conductimétrie** : Dans le titrage, pas besoin de calibrer le conductimètre car cela change l'axe y mais le changement de pente reste toujours à V_{eq}
- **Conductimétrie** : 1 cellule (électrode) conductimétrique
- **Spectrophotométrie** : on l'utilise si la solution absorbe dans le visible car spectrophotomètre fonctionne en UV-visible
- **Étalonnage** : on prépare plusieurs solutions à concentrations différentes et on dessine courbe A (ou σ) en fonction de la concentration. Puis on a une solution et on mesure son A (ou σ) et on déduit sa $[]$. On doit donc avoir une droite d'étalonnage qui couvre un intervalle contenant la $[]$ cherchée (donc si on travaille avec des solutions colorées, on prépare des solutions + et - colorées que celle à étudier)

Montage à reflux

- **Réfrigérant** : il faut avoir condensation en bas du réfrigérant (donc on est à T ébullition et c'est bien saturé), si gouttes montent plus haut alors on baisse T du chauffe ballon
- **Réfrigérant** : tuyau eau rentre en bas / tuyau eau sort en haut
- **Chauffe-ballon** : on le place sur support élévateur et on attache le ballon par pince 2 doigts car si on veut arrêter le chauffage, on baisse le support.

Ampoule à décanter (extraction liquide-liquide)

- pour créer la phase organique en ajoutant diéther (densité 0.7 donc en haut), il faut laisser la solution refroidir avant de l'ajouter sinon il va s'évaporer.
- soit on regarde les densités pour savoir lequel (aqueuse/orga) est en haut (ou en bas) soit on ajoute des gouttes d'eau et on les suit.
- Quand on ferme le bouchon et on agite, il faut dégazer à chaque agitation pour faire sortir le gaz (diéther par exemple)
- Vaut mieux laisser peu d'orga dans aqueuse que l'inverse. Car à chaque fois on répète le lavage de l'eau en ajoutant diéther pour recréer une phase orga et on aura à la fin une phase orga pure. (Cela bien sûr dépend de ce qu'on veut faire après avec la solution récupérée). A la dernière extraction (3e ou 4e fois), on laisse quelques gouttes aqueuse dans orga car on va sécher cette solution orga en ajoutant le sel (et on aura l'autre phase aqueuse pure).

Evaporateur rotatif :

- Si on veut accélérer évaporation et pas trop chauffer on fait le vacuum.
- Si le solvant (à évaporer) arrête de se condenser donc on a terminé la manip.

Remplacer Rotavap

- Réaliser les traitements en ampoule à décanter : extraction du produit en phase organique, lavage acido-basique/eau.
- Séchage sur sel anhydre
- Utiliser un montage de distillation fractionnée (avec thermomètre) en mettant dans le ballon la phase organique contenant le produit issu des précédents traitements.
- Chauffer fort au début (mais baisser quand l'évaporation a commencé) et calorifuger la colonne de vigreux (par papier aluminium jusqu'au thermomètre) pour que les vapeurs atteignent la tête de colonne
- Tant que la température en tête de colonne correspond à la température d'évaporation du solvant alors vous ne distillez que le solvant
- A la fin de la distillation du solvant, la température en tête de colonne chute drastiquement, c'est dû au fait qu'il n'y a plus de vapeurs de solvant. Il faut alors retirer le chauffe-ballon pour ne pas cramer votre produit.

Polarimètre de Laurent

- on remplit du côté de la bulle
- Je regarde les traits de la droite : le trait du 0 donne la valeur entière puis je cherche le trait qui va bien avec le chiffre et cela donne la valeur décimale

Filtrage Büchner :

- Si on veut pas récupérer le sel donc on utilise pas papier filtre et on utilise juste un entonnoir avec coton et on vide la solution dans un ballon normal (ou fiole).

pH par papier indicateur

- On prend une barre en verre et on la trempe dans la solution et on met quelques gouttes sur un morceau de papier indicateur (posé sur un mouchoir) puis on rince la barre à verre par de l'eau distillée

Banc Köfler

- Attendre que la lumière s'allume donc il est chaud. Vérifier qu'il n'ya pas de courant d'air à côté du banc
- Ne pas utiliser des gants
- Il faut calibrer par une espèce ayant une température proche du produit à étudier
- Il faut bouger la poudre en diagonale et ne pas revenir vers l'arrière
- Pour essuyer, on utilise du coton + éthanol
- Si T trouvée est > théorique : il y a de l'eau (on a besoin de plus de chaleur pour évaporer l'eau)
- Si T trouvée est < théorique : il y a des impuretés

Lame de métal

- Les décaper par papier de verre (abrasif) pour enlever la rouille
- Les attacher (au voltmètre par exemple) par pince crocodile

Pile Daniell

- Lame Cu = rousse / Lame Zn = grise / Solution Zn = transparente / Solution Cu = bleu ciel
- Sans pont salin = 0V / Avec pont salin, on trouve que la tension diminue car il y a résistance du pont salin et en plus la pile débite un peu ..
- Le volume ne compte pas ici car dans Nernst ce qui compte est la concentration
- Pour mesurer potentiel 1 seule lame : brancher voltmètre entre lame et électrode référence (n'importe laquelle + adaptateur qui donne câble banane vers Voltmètre) dans le même bécher
- On n'utilise pas électrode Calomel car elle contient du mercure (elle est CMR)
- Pour étudier la complexation, utiliser l'ammoniac sous la hotte

Electrode de référence

- Dans la garde on ajoute une solution saturée du même type du milieu (donc KNO_3 si on a NO_3^- ou KCl si on a Cl^-).

Electrodes et Titrages et i-E

pHmétrie : mesurer l'activité des ions H_3O^+ (pH)

La membrane de verre échange des H^+ avec la solution. La tension ΔV entre électrode de verre et Ag/AgCl est proportionnelle au pH (selon l'équation de Nernst).

Titration acide-base et courbe $\text{pH}=\text{f}(\text{V})$:

Acide fort (HCl) + Base forte (NaOH) : **virage** brusque et $\text{pH} = 7$ à l'équivalence

Acide faible (CH_3COOH) + Base forte (NaOH) : **virage** rapide et $\text{pH} > 7$ à l'équivalence

Base faible (NH_3) + Acide fort (HCl) : **virage** plus progressif et $\text{pH} < 7$ à l'équivalence

Conductimétrie : mesurer la conductivité électrique d'une solution

Un courant alternatif traverse la solution entre 2 électrodes en platine \rightarrow plus il y a d'ions, plus le courant passe. La cellule mesure R de la solution en imposant V et les ions font un courant. L'inverse de R est la conductance G . En prenant en compte S et L des électrodes, ça nous donne la conductivité σ

Titration conductimétrique et courbe $\sigma=\text{f}(\text{V})$:

Toute réaction avec variation d'ions (ex : $\text{HCl} + \text{NaOH}$) : **Coupe de pente** à l'équivalence

Potentiométrie (multimètre) : mesurer un potentiel redox sans passage de courant

On mesure la différence de potentiel entre une électrode indicatrice (Ag, Pt, etc.) et une électrode de référence (Ag/AgCl). La tension mesurée dépend du potentiel du couple redox présent au contact de l'électrode indicatrice.

Titration oxydo-reduction et courbe $E=\text{f}(\text{V})$:

Oxydant (Fe^{2+}) + Réducteur (Ce^{4+}) : **saut de potentiel** brusque

Iodimétrie (I_2) + Iodométrie ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$) : **Changement de couleur** par l'indicateur amidon (bleu \rightarrow incolore)

Titration par précipitation et courbe $E=\text{f}(\text{V})$:

Précipitation de sel peu soluble ($\text{Ag}^+ + \text{Cl}^-$) : **saut de potentiel** + formation d'un précipité après équivalence

Montage à 3 électrodes (i-E) : étudier les réactions électrochimiques en faisant varier le potentiel de l'électrode de travail et en mesurant le courant.

- L'électrode de travail est au contact de l'espèce redox étudiée.
- L'électrode de référence impose un potentiel stable.
- La contre-électrode assure le passage du courant.

Titration complexométrique "eau dure"

Métal (Cu^{2+} , Mg^{2+}) + Ligand (EDTA) : **Changement couleur** quand tous ions métalliques sont complexés

Electrode de verre (pH) :

- Constituée d'une membrane en verre spéciale perméable aux H^+ .
- Elle crée un potentiel électrochimique proportionnel au pH de la solution

Électrode de référence Ag/AgCl :

- Constituée d'un fil d'argent recouvert de chlorure d'argent, plongé dans une solution saturée de KCl
- Elle fournit un potentiel stable, indépendant de la solution mesurée. Donc elle sert de référence pour comparer les autres potentiels.

Electrode en platine (conductimétrie) :

- Simple conducteur inerte, transmet le courant

Electrode en platine (travail pour i-E) :

- Inerte et stable, elle ne participe pas aux réactions.

Electrode en platine (contre-électrode pour i-E) :

- Elle complète le circuit. Elle doit pouvoir supporter les courants sans perturber la réaction étudiée.

Electrode d'argent (potentiométrie) :

- Elle agit comme électrode indicatrice dans certains couples redox (ex : Ag^+/Ag). Elle échange des électrons selon le potentiel du milieu.

Principe syntyèse organique

transformer la matière pour avoir d'autres molécules organiques (longues chaînes carbonées).

Matériel :

- Matériel de protection adapté
- Bécher : intermédiaires pour prélever les réactifs
- Pipettes : jaugées (un ou deux traits) ou graduées pour prélever ou diluer.
S'utilise avec une Propipette
- Ballons : monocol ou tricol permet de chauffer à l'aide d'un chauffe-ballon et d'agiter
- Réfrigérant à reflux, à air ou à eau : pour que les vapeurs se liquéfient et retombent dans le milieu réactionnel
- Ampoule de coulée : introduire des réactifs au cours de la réaction

Principe de l'extraction : extraire un composé d'un solvant où il est peu soluble vers un solvant dans lequel il sera plus soluble. On pourra isoler ensuite le composé d'intérêt.

Critères pour l'extraction :

Si l'on a un composé dans un solvant A que l'on veut faire passer dans un solvant B, il faut que :

- A et B soient non miscibles
- Que le composé soit plus soluble dans B que dans A.
- Que le solvant B soit facile à éliminer par exemple par distillation

Distillation simple : technique de séparation des liquides dans un mélange homogène.

On vaporise le composé le plus volatil (solvant B) qui constitue le distillat pour récupérer notre produit dans le ballon.

Recristallisation : technique de purification d'un solide

On va dissoudre le composé dans un solvant où il est soluble à chaud, mais pas à froid, puis le laisser cristalliser sans impuretés.

Critères :

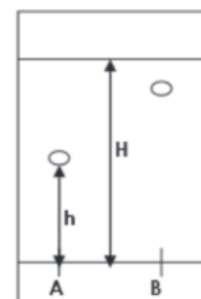
- Il faut que le solvant ne réagisse pas avec le composé.
- Qu'il solubilise bien le composé à chaud mais peu à froid
- Qu'il solubilise bien les impuretés à chaud comme à froid.
- La température d'ébullition du solvant doit être inférieure à la température de fusion du solide

Contrôle de pureté :

- Calcul de rendement
- Banc Kofler
- Chromatographie sur couche mince (CCM) : technique physico-chimique.

Principe CCM : On dépose une goutte du produit de synthèse à côté d'une goutte du produit attendu sur une plaque de silice (phase stationnaire). Les composés vont ensuite plus ou moins migrer avec l'éluant sur la plaque selon leur affinité avec la phase stationnaire et l'éluant.

On peut ensuite calculer des rapports frontaux selon la formule $R_f = H/h$



CCM

L'éluant peut être apolaire, polaire, ou un mélange des deux

Exemples :

- Hexane = très apolaire
- Éther diéthylique = modérément polaire
- Acétate d'éthyle = polaire
- Méthanol / Eau = très polaires
- Mélanges (ex : Hexane/Acétate d'éthyle) = polarité ajustable

On choisit l'éluant en fonction de la polarité relative des composés et de la phase stationnaire (souvent silice).

La couche de silice est polaire et protique.

La silice (SiO_2) est très polaire car elle possède des groupes silanol ($-\text{Si}-\text{OH}$) en surface.

Ces groupes peuvent former des liaisons hydrogène (protique) et adsorber préférentiellement les composés polaires

Donc si le composant est :

- Polaire : Forte interaction avec la silice (liaisons H, dipôle) donc migre peu (reste vers le bas de la plaque)
- Apolaire : Faibles interactions avec la silice donc migrent facilement (montent haut)

Si l'éluant est très polaire, il entre en compétition avec les composés pour interagir avec la silice (polaire) → les composés sont moins retenus, ils migrent plus loin.

Si l'éluant est apolaire, il ne "dérange pas" la rétention des composés polaires → ces derniers migrent peu.

$$\text{Hauteur Migration (Rf)} \propto \frac{\text{Polarité de l'éluant}}{\text{Polarité du composé}}$$

Conclusion :

Composé peu polaire + éluant apolaire → Rf élevé

Composé polaire + éluant apolaire → Rf faible

Composé polaire + éluant polaire → Rf plus élevé qu'avant

Comment choisir l'éluant :

1. Comprendre les polarités des composés à séparer
 - Groupes OH, NH_2 , COOH, C=O, NO_2 ... → composés polaire
 - Chaînes alkyles, cycles aromatiques sans fonction polaire → composés apolaire
2. Règle de base sur silice (polaire)

Composé	Éluant apolaire	Éluant polaire
Apolaire	migre bien (Rf ↑)	migre très bien (Rf trop grand)
Polaire	migre peu (Rf ↓)	migre mieux (Rf ↑)

3. Objectif du choix : Rf idéal $\approx 0,3$ à $0,7$

- Si $\text{Rf} < 0,2$ → éluant pas assez polaire, trop de rétention → Augmente la polarité de l'éluant
- Si $\text{Rf} > 0,8$ → éluant trop polaire, tout migre trop → Diminue la polarité de l'éluant

4. Sinon, commencer par un éluant apolaire seul, comme hexane ou cyclohexane. Puis ajouter progressivement un éluant polaire (ex : acétate d'éthyle, éther, acétone, etc.)

Exemples de mélanges : 90:10 hexane/étOAc puis 70:30 puis 50:50 jusqu'à 0:100

✓ Exemples courants

Objectif / Famille chimique	Mélange typique éluant	
Composés apolaires (hydrocarbures, lipides)	Hexane / Éther diéthylique (95:5 → 80:20)	
Aromatiques faiblement polaires	Toluène / Acétate d'éthyle	
Composés polaires (alcools, cétones)	Hexane / Acétate d'éthyle (70:30 à 30:70)	
Très polaires (acides, amines)	Ajout d'un peu de acide acétique ou NH_3 dans l'éluant	

Séparer un alcool et une cétone :

L'alcool est plus polaire (liaison H)

Éluant proposé : Hexane / acétone 90:10 ou 80:20

Résultat : alcool a R_f plus petit et cétone a R_f plus grand

Séparer deux esters ou cétones proches :

Peu polaires

Éluant proposé : Cyclohexane / éther diéthylique 85:15

Résultat : bonne séparation avec R_f entre 0.4 et 0.7

Séparer benzaldéhyde et acide benzoïque :

Benzaldéhyde est modérément polaire ($\text{C}=\text{O}$)

Acide benzoïque : très polaire (COOH + cycle aromatique)

Éluant proposé (sans CMR) : Hexane / acétate d'éthyle 70:30

Résultat :

Acide benzoïque : $R_f \sim 0.2$ (reste bas)

Benzaldéhyde : $R_f \sim 0.5-0.6$ (monte bien)

Si les deux migrent trop peu → essaye 50:50