

Travaux pratiques de chimie

Enseignement de Spécialité de la classe de Première

M. Leroy-Bury

Année 2024 - 2025

C'est par l'expérience que la science et l'art
font leur progrès chez les Hommes

Métaphysique – ARISTOTE (384-322 av. J.-C)

LABORATOIRES Physique & Chimie

72 rue Raynouard, 75016 Paris
01 44 30 26 00



Saint-Jean de Passy

Calendrier prévisionnel - travaux pratiques de chimie

Année scolaire 2024-2025

numéro de semaine et lundi	code et intitulé du TP
36 – lundi 02 septembre	<i>C01 – Préparation de solutions aqueuses</i>
37 – lundi 09 septembre	<i>C02 – Polarité d'une molécule et solubilité</i>
38 – lundi 16 septembre	<i>C03 – Spectres UV-visibles – filtres et solutions colorées</i>
41 – lundi 07 octobre	<i>C04 – Molécules organiques – familles et groupes – Spectres IR</i>
42 – lundi 14 octobre	<i>C05 – dosage par étalonnage – loi de Beer-Lambert</i>
48 – lundi 25 novembre	<i>C06 – Oxydoréduction en phase aqueuse</i>
49 – lundi 02 décembre	<i>C07 – Avancement d'une réaction – état final/maximal</i>
02 – lundi 06 janvier	<i>C08 – Titrage suivi colorimétrique - rédox</i>
05 – lundi 27 janvier	<i>C09 – Transfert thermique -énergie de liaison chimique - combustion</i>
06 – lundi 03 février	<i>C10 – synthèse organique par oxydation ménagée</i>
07 – lundi 10 février	<i>C11 - Extraction par solvant – coefficient de partage</i>

Tous droits réservés - À l'usage exclusif des élèves de M. Leroy-Bury

COMMENT PRÉPARER UNE SOLUTION DE CONCENTRATION EN MASSE DONNÉE ?

Objectifs d'apprentissage :

- Choisir et utiliser la verrerie adaptée pour préparer une solution par dissolution ou par dilution.
- Déterminer la valeur d'une concentration en masse à l'aide d'une gamme d'étalonnage (échelle de teinte ou mesure de masse volumique).

Contexte

C'est au chimiste britannique HENRY BOLLMANN CONDY (1826-1907) que l'on doit, à la fin du XIX^e siècle la découverte des propriétés antiseptiques et fongicides du permanganate de potassium (appelé également cristal de Condy).

Le permanganate de potassium ($\text{KMnO}_4(s)$) est un antiseptique utilisé dans des produits pour désinfecter des plaies, les fruits et légumes, our pour le traitement des eaux (aquariophilie notamment) etc.

Il doit ses propriétés antiseptiques au fort pouvoir oxydant des ions permanganate $\text{MnO}_4^-(aq)$. Ces mêmes ions sont responsables de la coloration violette de la solution aqueuse.

Les propriétés des désinfectants dépendent essentiellement de leur concentration et de leurs associations avec d'autres substances.

On trouve également le permanganate de potassium en solution avec l'eau de Javel dans le Dakin, un autre antiseptique. En cherchant bien, on trouve encore en pharmacie le permanganate de potassium vendu sous forme de sachets contenant 0,25 g de soluté pour préparer un ou deux litres de solution selon l'usage.



La concentration en masse de permanganate de potassium de la solution ainsi obtenue est notamment contrôlable par analyse colorimétrique (échelle de teinte ou mesure de l'absorbance).

But des travaux pratiques

On souhaite préparer au laboratoire une solution d'usage à la concentration en masse de $0,25 \text{ g.L}^{-1}$ le plus précisément possible avec la verrerie et les instruments disponibles. Pour cela, on procède à une première dissolution du soluté solide pour obtenir une solution dite « mère » puis à deux dilutions successives.

Préparation d'une solution mère

La solution mère sera préparée par dissolution d'une masse $m = 1,00 \text{ g}$ de permanganate de potassium (cristaux violet) dans de l'eau pour obtenir un volume $V_{mère} = 200 \text{ mL}$ de solution mère.

données : masse molaire $M(\text{KMnO}_4) = 158,03 \text{ g.mol}^{-1}$

masse volumique $\rho(\text{KMnO}_4) = 2,70 \text{ g.cm}^{-3}$ à 20°C

solubilité (/100 g d'eau) $s(\text{KMnO}_4) = 6,34 \text{ g à } 20^\circ\text{C}$

1. Dresser l'inventaire du matériel à réunir pour réaliser cette dissolution.
2. Rédiger le mode opératoire de cette dissolution en illustrant les principales étapes par des schémas annotés.
3. Calculer la concentration massique en soluté apporté $C_{mère}$ de la solution mère obtenue avec son incertitude (cf. programme python - *C01-script1.py*).
4. Vérifier que la dissolution du soluté sera bien totale à 20°C .
5. Après avoir fait valider votre mode opératoire (protocole), préparer la solution mère de permanganate de potassium.

Préparation de la solution d'usage

La solution d'usage de permanganate de potassium est obtenue par dilution de la solution mère.

1. Calculer le facteur de dilution à respecter pour obtenir la solution d'usage à $0,25 \text{ g.L}^{-1}$ à partir de la solution mère précédente.
2. Dresser l'inventaire du matériel à réunir pour réaliser cette dilution.
3. Rédiger le mode opératoire de cette dilution en illustrant les principales étapes par des schémas annotés.
4. Après avoir fait valider votre mode opératoire (protocole), préparer la solution fille de permanganate de potassium.
5. Calculer la concentration massique en soluté apporté C_{usage} de la solution d'usage obtenue avec son incertitude (cf. programme python - *C01-script2.py*).

Contrôle qualité de la préparation

Les solutions transparentes colorées adopte une teinte qui dépend notamment de la nature de l'éclairage, de l'épaisseur de solution traversée par la lumière jusqu'à l'œil, de leur concentration en espèce chimique colorante et dans une moindre mesure de l'environnement d'observation.

1. À l'aide d'une pipette simple, verser un échantillon de la solution d'usage préparée dans une cuve de section carrée (cuve pour spectrophotométrie) et comparer visuellement la couleur de votre échantillon (en lumière du jour) avec celle d'une solution de référence.

Pour plus de précision, on peut utiliser un spectrophotomètre c'est-à-dire un appareil capable de mesurer l'intensité lumineuse transmise à travers un échantillon de solution en fonction de la longueur d'onde de la lumière. Pour la solution aqueuse de permanganate de potassium, on choisit de travailler avec une longueur d'onde $\lambda = 600 \text{ nm}$.

2. Mesurer la transmittance (rapport de l'intensité transmise à une intensité de référence pour une longueur d'onde donnée) de votre échantillon et comparer avec celle de la solution de référence.

Incertitudes sur la verrerie en chimie

Pour la verrerie, les contenants sont généralement divisés en 3 classes : (au lycée : classe B ou A)

- La verrerie de classe B qui a une précision faible.
- La verrerie de classe A qui a une précision élevée.
- La verrerie de classe AS qui a une précision élevée et un temps d'écoulement calibré.

Il peut arriver que l'incertitude ou la classe ne soit pas inscrite sur la pipette, éprouvette dans ce cas vous pourrez utiliser ce tableau de référence :

Fioles jaugées		Pipettes jaugées	
10,00 mL	$\pm 0,02$ mL	1,000 mL	$\pm 0,006$ mL
25,00	$\pm 0,06$	2,000	$\pm 0,006$
50,00	$\pm 0,05$	3,00	$\pm 0,01$
100,00	$\pm 0,08$	4,00	$\pm 0,01$
200,0	$\pm 0,1$	5,00	$\pm 0,01$
250,0	$\pm 0,1$	6,00	$\pm 0,02$
500,0	$\pm 0,2$	7,00	$\pm 0,02$
		8,00	$\pm 0,02$
Pipettes graduées		9,00	$\pm 0,02$
0,100 mL	$\pm 0,005$ mL	10,00	$\pm 0,02$
0,200	$\pm 0,008$	20,00	$\pm 0,03$
0,50	$\pm 0,01$	25,00	$\pm 0,03$
1,00	$\pm 0,01$	50,00	$\pm 0,05$
2,00	$\pm 0,02$	100,00	$\pm 0,08$
5,00	$\pm 0,02$		
10,00	$\pm 0,06$	Cylindres gradués (éprouvettes)	
25,0	$\pm 0,1$	10,0 mL	$\pm 0,1$ mL
		25,0	$\pm 0,3$
Burettes		50,0	$\pm 0,4$
10,00 mL	$\pm 0,02$ mL	100,0	$\pm 0,6$
25,00	$\pm 0,03$	250	± 1
50,00	$\pm 0,05$	500	± 3
100,0	$\pm 0,1$		

Quelle influence peut avoir la structure d'une entité chimique sur la miscibilité ou la solubilité de l'espèce correspondante ?

Objectifs d'apprentissage :

- Utiliser des modèles moléculaires ou des logiciels de représentation moléculaire pour visualiser la géométrie d'une entité chimique et faire le lien avec son schéma de Lewis
- Déterminer le caractère polaire d'une liaison à partir de la donnée de l'électronégativité des atomes.
- Déterminer le caractère polaire ou apolaire d'une entité moléculaire à partir de sa géométrie et de la polarité de ses liaisons.
- Expliquer la capacité de l'eau à dissocier une espèce ionique et à solvater les ions. Modéliser, au niveau macroscopique, la dissolution d'un composé ionique dans l'eau par une équation de réaction, en utilisant les notations (s) et (aq). Calculer la concentration des ions dans la solution obtenue.
- Expliquer ou prévoir la solubilité d'une espèce chimique dans un solvant par l'analyse des interactions entre les entités.
- Comparer la solubilité d'une espèce solide dans différents solvants (purs ou en mélange).

Document 1 : matériels et produits mis à disposition

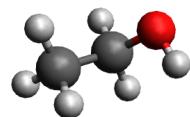
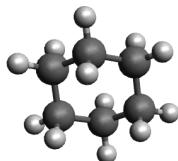
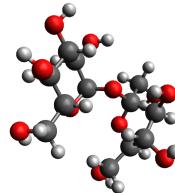
- | | |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none">— 1 boîte de modèles moléculaires— 10 tubes à essai— 1 porte-tube— 5 bouchons pour tubes— 10 pipettes simples avec poire— 1 verre à pied— 2 spatules— 1 goupillon— du papier d'essuyage | <ul style="list-style-type: none">— 1 boîte de pétri avec environ 2 g de sulfate de cuivre hydraté— 1 boîte de pétri avec environ 2 g de paillettes de diiode— 1 boîte de pétri avec environ 2 g de saccharose— 10 mL d'éthanol— 10 mL d'huile de vaseline— 10 mL de propan-1-ol— 10 mL de butan-1-ol— 10 mL de pentan-1-ol— 10 mL de hexan-1-ol |
|---|--|

But des travaux pratiques

On souhaite, par des expériences qualitatives, explorer les propriétés de miscibilité et de solubilité des espèces chimiques selon que les entités sont des ions, des molécules polaires ou bien apolaires. Ce faisant, on tentera de modéliser la dissolution d'un composé ionique et de distinguer d'une part, les solutions ioniques des solutions moléculaires et d'autre part, les notions de solubilité et de miscibilité.

Travail préparatoire aux manipulations

Indiquer, en justifiant, si les molécules suivantes (cf. modèles moléculaires) sont polaires ou apolaires

éthanol $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ diiode I_2 hexan-1-ol $\text{C}_6\text{H}_{13}\text{OH}$ cyclohexane C_6H_{12} saccharose $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$

données : code de couleur pour les modèles moléculaires

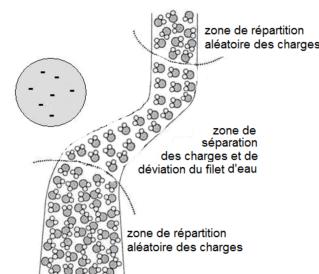
noir : carbone – blanc : hydrogène – rouge : oxygène – bleu : azote – vert : chlore – jaune : soufre – violet : iodé

Polarité d'un solvant - expérience présentée par le professeur

Une burette contient de l'eau, une seconde du cyclohexane.

Approcher une règle frottée du filet de liquide s'écoulant des burettes.

1. Qu'observe-t-on ?
2. À l'aide des documents et de la figure ci-contre, expliquer les observations précédentes.



Solubilité dans un solvant

1. Proposer un protocole expérimental permettant de comparer :
 - (1) la solubilité du sulfate de cuivre dans l'eau, et dans l'huile de vaseline
 - (2) la solubilité du diiode dans l'eau, et dans l'huile de vaseline
 - (3) la solubilité du sucre dans l'eau, et dans l'huile de vaseline
2. Réaliser le protocole
3. Indiquer les observations (s'aider d'un tableau récapitulant les résultats)
4. Conclusion :
 - a) Quelle propriété semble devoir présenter un solvant pour réaliser la dissolution :
 - d'espèces polaires ?
 - d'espèces apolaires ?
 - d'espèces ioniques ?
 - b) Quels sont les types de liaisons qui permettent d'expliquer ces différentes dissolutions ?

Structure moléculaire et miscibilité des alcools avec l'eau

1. Donner la représentation de Lewis des cinq alcools suivants : éthanol ; propan-1-ol ; butan-1-ol ; pentan-1-ol ; hexan-1-ol.

2. Réaliser l'expérience suivante :

- Dans un tube à essai contenant environ 1 mL d'eau distillée, introduire goutte à goutte, environ 1 mL d'éthanol en agitant et en observant le mélange après chaque goutte ajoutée.
- Recommencer la manipulation en remplaçant l'éthanol par du propan-1-ol, par du butan-1-ol, par du pentan-1-ol, puis par de l'hexan-1-ol. Qu'observe-t-on ? (s'aider d'un tableau récapitulant les résultats)

3. Pourquoi utilise-t-on ici le terme de miscibilité et non de solubilité ?

4. Comparer la longueur de la chaîne carbonée de l'alcool avec sa miscibilité avec l'eau.

5. Comment peut-on interpréter les observations précédentes en termes de liaisons intermoléculaires ?

Quelle relation existe-t-il entre la couleur de la solution et la présence des espèces chimiques colorantes dissoutes ?

Objectifs d'apprentissage :

- Expliquer ou prévoir la couleur d'une espèce en solution à partir de son spectre UV-visible.
- Déterminer la concentration d'un soluté à partir de données expérimentales relatives à l'absorbance de solutions de concentrations connues.
- Choisir le modèle de la synthèse additive ou celui de la synthèse soustractive selon la situation à interpréter.
- Interpréter la couleur perçue d'un objet à partir de celle de la lumière incidente ainsi que des phénomènes d'absorption, de diffusion et de transmission.
- Prévoir le résultat de la superposition de lumières colorées et l'effet d'un ou plusieurs filtres colorés sur une lumière incidente.
- Illustrer les notions de synthèse additive, de synthèse soustractive et de couleur des objets.

Document 1 : matériels et produits mis à disposition

- 1 jeu de filtres primaires (RVB) et secondaires (CJM)
- 1 spectrophotomètre USB avec fibre optique + système porte-cuve
- 5 cuves de spectrophotométrie + porte-cuve
- 1 fiole jaugée de 50 mL avec bouchon
- 1 pipette jaugée de 10 mL avec pipeteur
- 2 bêchers de 50 mL
- 3 erlenmeyers de 50 mL
- du papier d'essuyage
- 1 verre à pied
- 10 pipettes compte-goutte
- 1 pissette d'eau déminéralisée
- 1 flacon de 60 mL avec bleu patenté V (E133) à la concentration de $1,0 \times 10^{-5} \text{ mol.L}^{-1}$
- 1 flacon de 60 mL avec jaune de tartrazine (E102) à la concentration de $1,0 \times 10^{-4} \text{ mol.L}^{-1}$
- 1 ordinateur
- 1 webcam

But des travaux pratiques

On souhaite, par des expériences essentiellement qualitatives, explorer les propriétés des filtres et solutions colorées en vue de mettre au point une technique d'analyse chimique reposant sur la spectrophotométrie et la mesure de l'absorbance.

Première partie : filtrage de la lumière

1. À l'aide du matériel mis à votre disposition, observer directement puis analyser la lumière transmise à travers chaque filtre puis celle transmise à travers une superposition de deux filtres selon le tableau suivant :

deux filtres primaires	deux filtres primaire et secondaire	deux filtres secondaires
rouge et vert	rouge et cyan	magenta et cyan
rouge et bleu	rouge et jaune	magenta et jaune
	rouge et magenta	

2. À l'aide du matériel mis à votre disposition, observer directement puis analyser la lumière transmise à travers une superposition de deux puis trois filtres de même nature.
3. Si chaque filtre possède une transmittance T_λ pour une longueur d'onde λ , montrer que la transmittance globale T de la superposition est égale au produit des transmittances propres à chaque filtre superposé pour cette longueur d'onde choisie : $T = \prod T_i$
4. Compte-tenu des propriétés de la fonction logarithme décimal, montrer dans ce cas que l'absorbance globale A est égale à la somme des absorbances propres à chaque filtre : $A = \sum A_i$. Vérifier cette propriété expérimentalement. Quel est l'intérêt de travailler en absorbance plutôt qu'en transmittance ?
5. Comment se comporte l'absorbance vis-à-vis de l'épaisseur de chaque filtre traversé par la lumière ?
6. Prendre un cliché (logiciel *Observation*) du document présentant les cercles chromatiques en plaçant l'un des filtres primaires devant l'objectif de la webcam. Recommencer l'opération pour les deux autres.
 - a) Interpréter les images obtenues.
 - b) Comparer ces images à celles obtenues en appliquant un filtre numérique (programme python *filtre_image.py*)
7. L'interprétation des spectres et des couleurs obtenus par filtrage de la lumière relève-t-elle de la synthèse additive ou de la synthèse soustractive ? Justifier.
8. De quoi parle-t-on lorsqu'on parle de « *la couleur d'un filtre* » ou bien de « *la couleur d'une solution colorée* » ?

Seconde partie : spectrophotométrie d'une solution colorée

Nous allons à présent réinvestir ce que nous avons vu pour les filtres et le filtrage de la lumière aux solutions colorées.

La spectrophotométrie UV-Visible est une technique d'analyse reposant sur la mesure de l'intensité lumineuse en fonction de la longueur d'onde de la radiation lumineuse transmise par une substance transparente et colorée. Elle est étendue au domaine ultraviolet (UV) pour ce qui concerne les substances incolores (qui n'absorbe pas dans le domaine visible).

Une solution est colorée par la présence en quantité plus ou moins importante d'une ou plusieurs espèces chimiques colorantes dissoutes. Chacune des espèces, si la solution est suffisamment diluée, pourra absorber plus ou moins fortement les radiations lumineuses de la lumière incidente et contribuera ainsi de manière indépendante à l'absorbance globale.

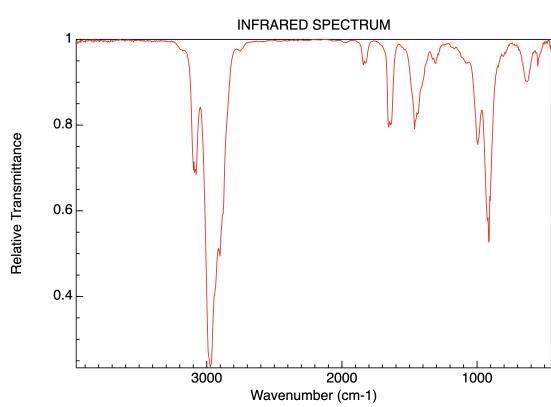
1. Pourquoi utilise-ton toujours des cuves de même largeur ℓ ?
2. Les colorants mis à disposition, le bleu patenté V (E131) et le jaune de tartrazine (E102) sont des colorants alimentaires anciennement employés pour colorer les sirops de menthe et désormais écartés pour limiter les risques d'intolérance ou d'allergie.
 - a) Expliquer la couleur de chacun des colorants pris séparément.
 - b) Observer ces solutions à travers chacun des filtres primaires et secondaires et consigner vos observations (on pourra éventuellement faire des clichés à l'aide de la webcam).

- c) Réaliser une dilution par $F = 5$ des solutions de colorant et comparer les spectres d'absorption des solutions filles aux solutions mères. Comment évolue l'absorbance avec la concentration des solutions ?
3. Dans une fiole jaugée de 50,0 mL, introduire 5,0 mL de solution mère de E131 et 5,0 mL de solution mère de E102, puis compléter avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge.
- Expliquer la couleur du mélange des solutions.
 - Quel est le facteur de dilution pour chacun des colorants ? Que vaut alors la concentration de chacune des solutions de colorant dans le mélange ?
 - Comparer les spectres d'absorption des solutions filles précédentes à celui du mélange.
 - En supposant que pour une longueur d'onde donnée, l'absorbance de la solution diluée est proportionnelle à la concentration de l'espèce colorante dissoute, retrouver expérimentalement le facteur de dilution pour chacun des colorants employés ? Comment choisir la longueur d'onde pour garantir ce résultat avec la plus grande précision ?

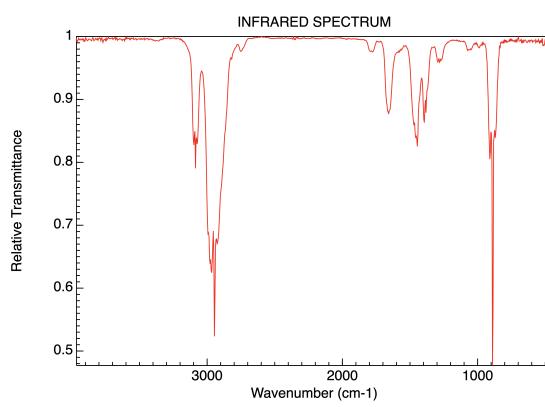
Familles chimiques et spectres infrarouges

Tous les spectres IR présentés caractérisent des composés organiques qui possèdent le même nombre d'atomes de carbone engagés dans des chaînes linéaires ou ramifiées.

Document 1 : première famille



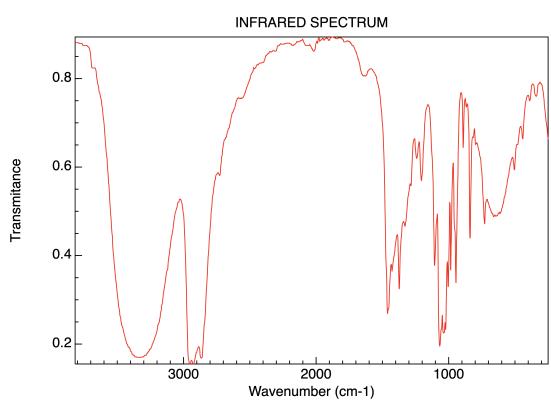
spectre A1



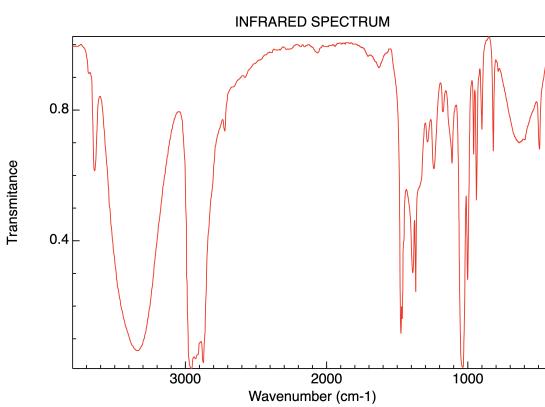
spectre A2

Ce sont les spectres IR de deux isomères de chaîne présentant une insaturation de la chaîne carbonée.

Document 2 : deuxième famille

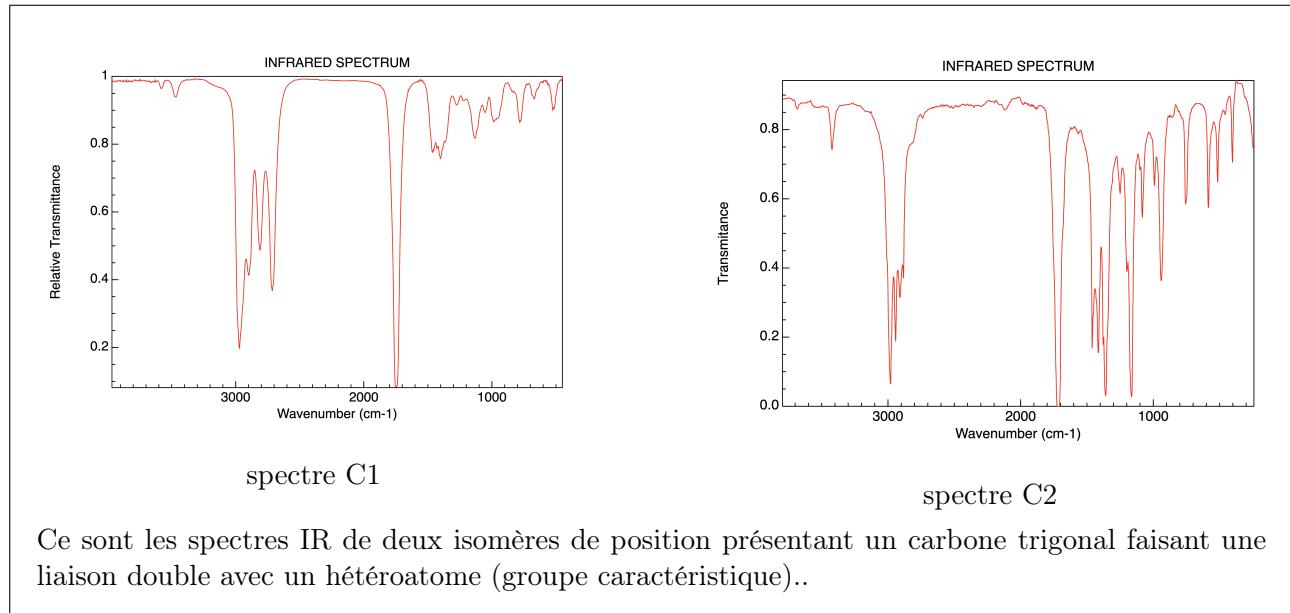


spectre B1

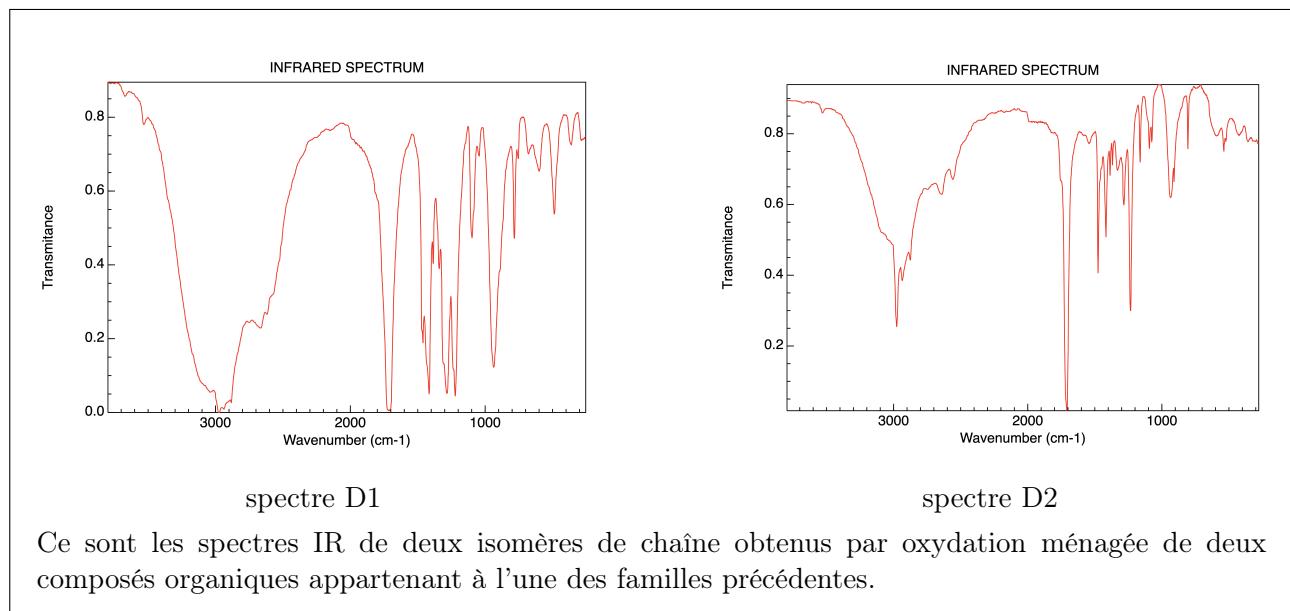


spectre B2

Ce sont les spectres IR de deux isomères de chaîne présentant un carbone tétragonal faisant une liaison avec un hétéroatome (groupe caractéristique).

Document 3 : deux autres familles

Ce sont les spectres IR de deux isomères de position présentant un carbone trigonal faisant une liaison double avec un hétéroatome (groupe caractéristique)..

Document 4 : une dernière famille

Ce sont les spectres IR de deux isomères de chaîne obtenus par oxydation ménagée de deux composés organiques appartenant à l'une des familles précédentes.

Familles de composés organiques

Objectifs d'apprentissage :

- Identifier les groupes caractéristiques associés aux alcools, aldéhydes, cétones et acides carboxyliques.
- Associer la formule semi-développée d'une molécule simple avec son nom.
- Utiliser des modèles moléculaires ou des logiciels pour visualiser la géométrie de molécules organiques.
- Identification des groupes caractéristiques par spectroscopie infrarouge et exploiter, à partir de valeurs de référence, un spectre d'absorption infrarouge.

Document 1 : matériels et documents mis à disposition

- | | |
|---|---|
| <ul style="list-style-type: none"> — Boite de modèles moléculaires — Logiciel de représentation moléculaire (Avogadro™) — Document bilan des transformations — Document spectre IR de quelques composés | <p>Données :</p> $M(C) = 12,0 \text{ g.mol}^{-1}$ / Noir-gris
$M(H) = 1,0 \text{ g.mol}^{-1}$ / Blanc
$M(O) = 16,0 \text{ g.mol}^{-1}$ / Rouge
$M(N) = 14,0 \text{ g.mol}^{-1}$ / Bleu |
|---|---|

Document 2 : Analyse d'un spectre infrarouge

Le spectre infrarouge se présente généralement sous la forme d'un graphique représentant une transmittance T (en %) en fonction du nombre d'onde $\bar{\nu} = \frac{1}{\lambda}$ en cm^{-1} .

Le spectre infrarouge peut être divisé (verticalement) en quatre grandes régions :

500 – 1 400 cm^{-1}	Dites « empreintes digitales » où se trouvent les élongations C-C, C-O, C-N...et les déformations C-H, O-H, N-H... difficilement exploitable mais elle permet l'identification de substances par comparaison avec un spectre déjà connu.
1 500 - 2 500 cm^{-1}	Celle des liaisons multiples C=C, C=O, C=N,...et qui est parfaitement exploitable.
2 800 – 3 000 cm^{-1}	Celle des élongations C-H difficilement exploitable en chimie organique sauf pour distinguer un aldéhyde d'une cétone
3 200 – 3 600 cm^{-1}	Celle des élongations O-H et N-H libres et associés, l'une des plus facile à exploiter.

Consignes générales de travail :

- Pour chaque molécule organique étudiée, vous devez déterminer son nom, sa formule moléculaire ou condensée, sa formule plane semi-développée et sa formule topologique (lorsque cela est possible), construire son modèle moléculaire et sa représentation à l'aide du logiciel Avogadro™.
- La spectroscopie infrarouge est une technique d'analyse d'échantillon et d'identification d'espèces chimiques organiques et inorganiques. Elle s'attache particulièrement à identifier la présence des groupes fonctionnels. Associer les spectres IR proposés avec certaines des molécules organiques étudiées en justifiant autant que possible votre réponse.

Identification d'un alcane et de ses isomères :

La combustion complète d'un alcane dans le dioxygène (en excès) produit exclusivement du dioxyde de carbone et de l'eau.

1. Écrire l'équation générale de combustion d'un alcane dans le dioxygène.
2. On réalise la combustion complète d'une masse $m = 34,8 \text{ g}$ d'alcane et on récupère une masse $m_{H_2O} = 54 \text{ g}$ d'eau et un volume $V_{CO_2} = 57,6 \text{ L}$ de dioxyde de carbone dans les conditions ordinaires de température et de pression pour lesquelles le volume molaire des gaz est de 24 L.mol^{-1} .
 - a) Identifier l'alcane utilisé comme combustible par sa formule moléculaire ?
 - b) L'alcane possède-t-il des isomères ? Dans l'affirmative, identifier-les.

Déshydrogénéation d'un alcane :

Les alcanes sont extraits du pétrole par distillation fractionnée et l'on peut modifier leur taille et le nombre de leurs ramifications par des opérations telles que le vapocraquage. Cependant, pour pouvoir disposer de composés organiques bien plus réactifs, on cherche à synthétiser des composés d'une autre famille d'hydrocarbures : **les alcènes**. Ces derniers présentent dans le squelette carboné de leur chaîne principale une double liaison $\text{C}=\text{C}$ (insaturation) qui constitue un groupe fonctionnel à part entière.

La nomenclature des alcènes est dérivée de celle des alcanes en lui substituant la terminaison -ENE et en numérotant éventuellement la position de la double liaison $\text{C}=\text{C}$ (position du premier carbone trigonal).

1. Écrire l'équation générale de déshydrogénéation (élimination du dihydrogène) d'un alcane. En déduire la formule moléculaire générale des alcènes.
2. On déshydrogénise l'alcane précédent. En tenant compte des isomères de cet alcane, quelles sont les différentes molécules susceptibles d'être obtenues ?

Hydratation d'un alcène :

L'addition d'eau (hydratation) par rupture de la double liaison $\text{C}=\text{C}$ d'un alcène peut conduire à la **formation d'un alcool** : dérivé oxygéné d'un alcane présentant un groupe caractéristique hydroxyle -OH sur un carbone tétragonal.

Les alcools sont répartis en trois classes : primaire, secondaire ou tertiaire, suivant que le carbone fonctionnel (carbone portant le groupe hydroxyle) effectue une, deux ou trois liaisons avec les autres atomes de carbone de la molécule. La nomenclature des alcools est dérivée de celle des alcanes en ajoutant la terminaison -OL et en numérotant éventuellement la position du groupe hydroxyle (position du carbone fonctionnel sur la chaîne principale). Exemples : propan-2-ol ou 2-méthylpropan-1-ol.

1. Écrire l'équation générale d'hydratation (addition d'eau) d'un alcène. En déduire la formule moléculaire générale des alcools et leur formule générale condensée.
2. On hydrate le ou les alcènes précédents. En tenant compte de tous les isomères, quelles sont les différentes molécules d'alcool susceptibles d'être obtenues ? Pour chacune d'elles, préciser la classe.

Oxydation ménagée (en défaut) d'un alcool :

L'oxydation ménagée est, contrairement aux combustions, une *oxydation qui préserve la chaîne carbonée de la molécule* (aucune rupture de liaison C-C). Ainsi, dans le cas des alcools, seul le carbone fonctionnel est oxydé (formation d'une ou de deux liaisons supplémentaires avec un atome d'oxygène) transformant le groupe hydroxyle -OH en **groupe carbonyle** $\text{C}=\text{O}$ voire en **groupe carboxyle** $\text{CO}=\text{O}$ sous certaines conditions.

Par oxydation ménagée d'un alcool (oxydant en défaut) et suivant sa classe (primaire ou secondaire), on obtient un composé carbonylé appartenant soit à la famille des **aldéhydes** (groupe $\text{CH}=\text{O}$) soit à celle des **cétones** ($\text{C}=\text{O}$). La nomenclature des aldéhydes et des cétones est dérivée de celle des alcanes en ajoutant respectivement la terminaison -AL ou -ONE et en numérotant éventuellement la position du groupe carbonyle (position du carbone fonctionnel sur la chaîne principale) pour les cétones. Exemples : 2-méthylpentanal ou pentan-3-one.

1. Écrire la demi-équation générale d'oxydation ménagée d'un alcool primaire ou secondaire en composé carbonylé. En déduire la formule moléculaire générale des aldéhydes et des cétones et deux formules générales condensées.
2. On oxyde le ou les alcools précédents avec un oxydant en défaut. En tenant compte de tous les isomères, quelles sont les différentes molécules de composés carbonylés susceptibles d'être obtenues ?
3. Pourquoi ne peut-on pas oxyder (de manière ménagée) un alcool tertiaire ?

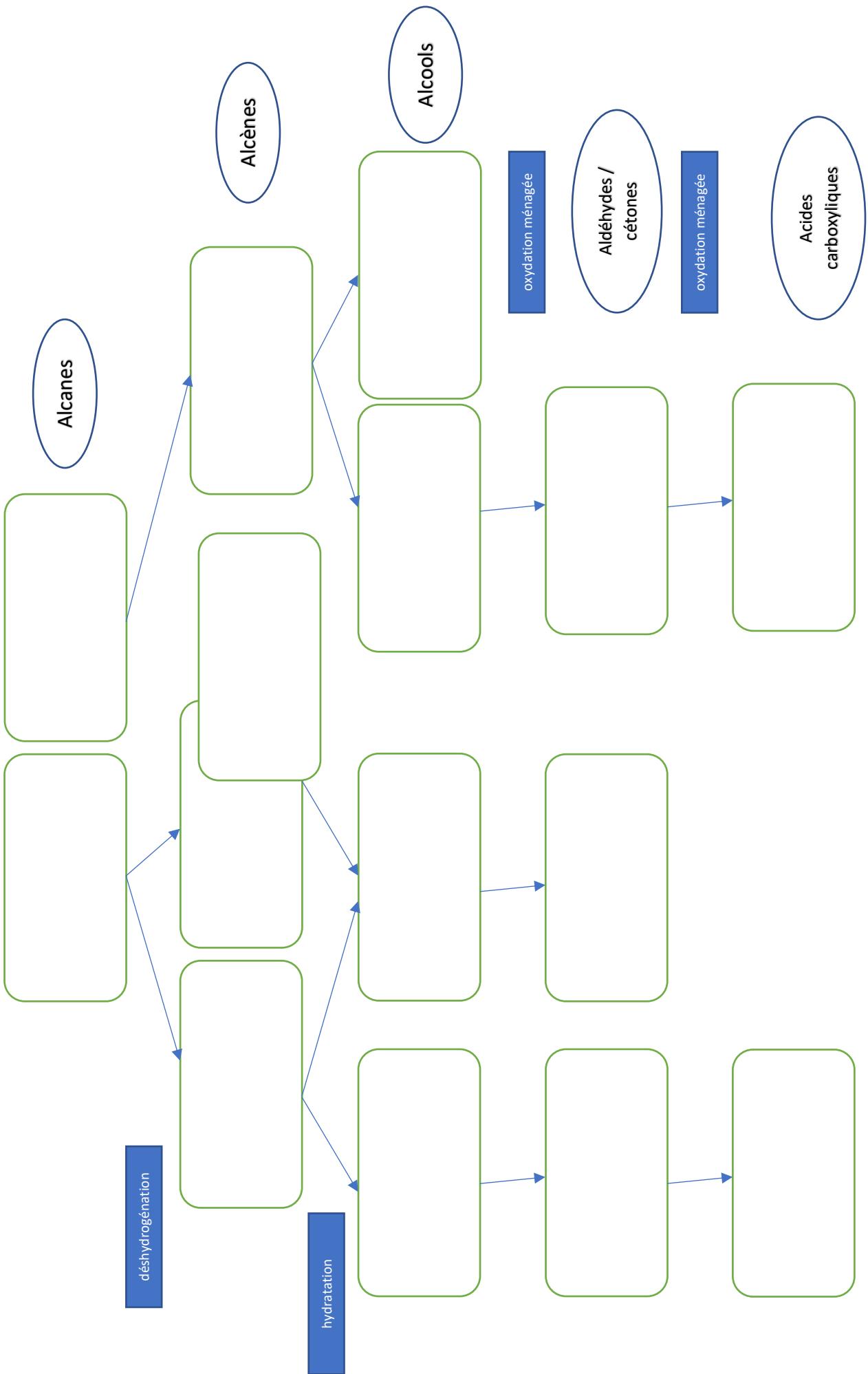
Oxydation ménagée d'un aldéhyde :

Par oxydation ménagée d'un aldéhyde, on obtient un **acide carboxylique** (groupe carboxyle $\text{COH}=\text{O}$). La propriété d'acidité des acides carboxyliques est liée à la facilité avec laquelle le groupe carboxyle peut céder un ion hydrogène H^+ . La nomenclature des acides carboxyliques est dérivée de celle des alcanes en ajoutant la terminaison **-OÏQUE** et en ajoutant devant le nom le mot ACIDE. Exemple : acide propanoïque ou acide 2-méthylpropanoïque.

1. Écrire la demi-équation générale d'oxydation ménagée d'un aldéhyde en acide carboxylique. En déduire la formule moléculaire générale des acides carboxyliques et leur formule générale condensée.
2. On oxyde le ou les aldéhydes précédents avec un oxydant. En tenant compte de tous les isomères, quelles sont les différentes molécules d'acide carboxyliques susceptibles d'être obtenues ?
3. Pourquoi ne peut-on pas oxyder (de manière ménagée) une cétone ?

Bilan :

Proposer un schéma bilan de l'ensemble des transformations et produits obtenus à partir de l'alcane de départ (on pourra représenter les différentes molécules organiques par leurs formules topologiques).



Comment déterminer la concentration des espèces chimiques colorantes dissoutes ?

Objectifs d'apprentissage :

- Déterminer la concentration d'un soluté à partir de données expérimentales relatives à l'absorbance de solutions de concentrations connues.
- Déterminer la valeur d'une concentration en masse à l'aide d'une gamme d'étalonnage (échelle de teinte ou mesure de masse volumique).
- Proposer et mettre en œuvre un protocole pour réaliser une gamme étalon et déterminer la concentration d'une espèce colorée en solution par des mesures d'absorbance.
- Tester les limites d'utilisation d'un protocole.

Document 1 : le bleu patenté V - un colorant alimentaire controversé

Le bleu patenté V (ou bleu CI n°5) est un composé chimique (triarylméthane) de couleur bleu-foncé. C'est un colorant alimentaire. Son utilisation est interdite en Australie, au Canada, aux États-Unis et en Norvège, parce qu'il est responsable d'allergies.

Il est encore autorisé dans l'Union européenne qui l'a toutefois réévalué en 2013 via l'Autorité Européenne de Sécurité des Aliments (EFSA), cette dernière ayant diminué sa DJA ou dose journalière admissible.

Il est utilisé en agroalimentaire comme colorant (numéro E131).

Remarque : le bleu patenté V est désormais remplacé par la spiruline (depuis 2020) dans les ingrédients des bonbons *Schtroumpfs*© mais reste parfois encore présents dans les bonbons *Dragibus*© bleus du même fabricant *Haribo*™.



La DJA du bleu patenté V est fixée à 2,50 mg par kilogramme de masse corporelle et par jour. La masse molaire moléculaire du bleu patenté V est $M = 566,7 \text{ g/mol}$.

Document 2 : la loi de Beer-Lambert

L'absorbance A d'un faisceau de lumière composé d'une radiation monochromatique de longueur d'onde λ dans un milieu homogène (identique en tout point) et isotrope (identique en toute direction) s'écrit :

$$A = -\log(T) = \varepsilon_\lambda \cdot \ell \cdot C$$

avec ε_λ le coefficient d'absorption linéaire (encore appelée coefficient d'extinction molaire), ℓ la distance parcourue par la lumière dans le milieu, C la concentration en espèce absorbante (colorante) et T la transmittance.

Le coefficient ε_λ varie avec la nature de l'espèce colorante, la longueur d'onde de la radiation transmise et la température du milieu traversé.

Cette loi phénoménologique (modèle interprétatif d'un comportement expérimental) s'applique, dans le domaine UV-visible, à des solutions peu concentrées ($C \leq 1 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$), non diffusantes et non-luminescentes.

En présence de plusieurs espèces absorbantes (cas où le soluté n'est pas unique), l'absorbance étant une grandeur additive, elle s'écrit comme une combinaison linéaire des concentrations effectives des espèces colorantes dissoutes :

$$A = \sum_i \varepsilon_{i\lambda} \cdot \ell \cdot [X_i]$$

Document 3 : matériels et produits mis à disposition

- 1 spectrophotomètre USB avec fibre optique + système porte-cuve
- 6 cuves de spectrophotométrie + porte-cuve
- 1 agitateur magnétique chauffant + barreau aimanté
- 1 baguette aimantée
- 1 fiole jaugée de 50 mL avec bouchon
- 1 éprouvette graduée de 50 mL
- 1 bêchers de 50 mL
- 1 paire de ciseau de dissection
- 2 burettes graduées de 25 mL sur potence
- 1 spatule
- du papier d'essuyage
- 1 verre à pied
- 6 tubes à essai avec bouchon sur porte-tube
- 7 pipettes compte-goutte
- 1 pissette d'eau déminéralisée
- sur la paillasse du professeur :
 - 1 flacon de 250 mL avec bleu patenté V (E133) à la concentration de $1,0 \times 10^{-5}$ mol.L⁻¹
 - 1 bonbon Schtroumpf Haribo© (avant 2018)
- Un logiciel tableur-grapheur scientifique *Rgressi* + EDI python *pyzo*TM
- Programmes python :
 - *TP_Beer-Lambert.py*
 - *Lecture_csv.py*

But des travaux pratiques

On souhaite déterminer le nombre de bonbons qu'un individu d'une masse $m = 70\text{ kg}$ peut consommer sans dépasser la dose journalière admissible du bleu patenté V.

Pour cela, on réalise un *dosage spectrophotométrique par étalonnage* du bleu patenté V contenu dans un seul bonbon.

Première partie : spectre du bleu patenté V et absorbance du colorant du bonbon.

1. À l'aide du matériel et des produits mis à votre disposition, montrer, en utilisant le spectre d'absorption du bleu patenté V, que la longueur d'onde de la radiation lumineuse avec laquelle il convient de travailler, pour obtenir les valeurs les plus précises pour relier concentration et absorbance, est $\lambda = 640\text{ nm}$. Quels sont les critères de choix à retenir ?
2. Ce spectre d'absorption est-il compatible avec la couleur de la solution en lumière blanche. Justifier.
3. Préparation de la solution contenant le colorant d'un seul bonbon.

Mode opératoire :

- Dans un bêcher, introduire environ 30 mL d'eau distillée à l'éprouvette graduée et ajouter, sous forme de petits morceaux, uniquement la partie colorée du bonbon.
- Introduire dans le bêcher un barreau aimanté et placer ce dernier sur la plaque chauffante d'un agitateur magnétique.
- Agiter et chauffer (avec modération) jusqu'à dissolution complète des morceaux de bonbon (environ 5 min).
- Retirer le bêcher de la plaque chauffante et laisser tiédir.
- Transvaser le contenu du bêcher dans une fiole jaugée de 50 mL avec son eau de rinçage.
- Compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée. Boucher et agiter pour homogénéiser.

4. Comment peut-on déterminer si le bleu patenté V est bien le colorant présent dans le bonbon ?
5. Réaliser la mesure de l'absorbance de la solution obtenue pour la longueur d'onde de travail choisie à la question n°1.

Seconde partie : solutions étalon, gamme d'étalonnage et dosage spectrophotométrique

Dans cette partie, il convient de réaliser une gamme de solutions étalons par dilution d'une solution mère de bleu patenté V pour pouvoir doser ensuite le colorant contenu dans un seul bonbon.

1. Fabrication de la gamme étalon

- À l'aide de deux burettes graduées, introduire très précisément dans un tube à essai un volume $V_{mère}$ de solution mère de colorant et un volume V_{eau} d'eau distillée à concurrence d'un volume total de 10,0 mL en respectant les différents facteurs de dilutions (cf. tableau ci-après).
- Boucher et agiter chaque tube préparé puis reproduire et compléter le tableau suivant :

facteur de dilution	$\frac{10}{9}$	1,25	$\frac{10}{7}$	$\frac{10}{6}$	2,0	2,5
$V_{mère}$ (en mL)						
V_{eau} (en mL)						
Volume total (en mL)	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0

2. Mesure des absorbances et étalonnage selon la loi de Beer-Lambert

- Pour chacune des solutions de la gamme étalon, mesurer l'absorbance à la longueur d'onde de travail choisie dans la première partie.
- Reproduire et compléter le tableau des mesures suivant :

facteur de dilution	$\frac{10}{9}$	1,25	$\frac{10}{7}$	$\frac{10}{6}$	2,0	2,5
C (en mol.L ⁻¹)						
A (sans unité)						

- Construire le graphique représentant l'évolution de l'absorbance A en fonction de la concentration en quantité de matière C de colorant.
- Modéliser mathématiquement cette évolution conformément à la loi de Beer-Lambert.

3. Par lecture graphique ou par le calcul, déterminer la concentration en quantité de matière de colorant C_{bleu} de la solution obtenue par dissolution d'un seul bonbon.
4. En explicitant votre raisonnement, répondre au problème posé par la consommation des bonbons Schtroumpfs©.

Oxydoréduction : une réaction chimique par transfert d'électrons

Document 1 : matériels et produits mis à disposition

- 10 tubes à essai
- 1 porte-tube
- 5 bouchons pour tubes
- 10 pipettes simples avec poire
- 1 verre à pied
- 2 spatules
- 1 petit entonnoir (adapté au tubes)
- du papier filtre
- 1 goupillon
- du papier d'essuyage
- paillettes ou tournure de cuivre
- clou en fer décapé
- grenade ou poudre de zinc
- solutions à la concentration en quantité de 10^{-2} mol/L - 20 mL :
 - ions fer II stabilisée (par Fe)
 - ions fer III
 - ions cuivre II
 - ions zinc II
- solutions à la concentration en quantité de 10^{-1} mol/L - 60 mL :
 - acide chlorhydrique
 - hydroxyde de sodium

But des travaux pratiques

On souhaite, par des expériences qualitatives, explorer les propriétés d'oxydation et de réduction des espèces chimiques selon que les entités sont des ions en solutions ou bien des métaux. Ce faisant, on tentera de modéliser la réaction par un transfert d'un ou plusieurs électrons entre les réactifs et ainsi de construire les notions de réaction et de couples d'oxydoréduction.

Travail préparatoire

Tests de reconnaissance de quelques ions métalliques : Certains ions métalliques sont incompatibles avec les ions hydroxyde $\text{HO}_{(\text{aq})}^-$ en solution. Ils forment alors une phase solide ou *précipité* (un solide ionique) qui apparaît dans la solution et décante plus ou moins rapidement.

Les ions hydroxyde sont apportés par une solution d'hydroxyde de sodium encore appelée soude.

- À l'aide du matériel et des produits mis à votre disposition, procéder à des expériences permettant de compléter un tableau d'observations sur le modèle suivant :

Cation métallique :	cuivre II $\text{Cu}_{(\text{aq})}^{2+}$	zinc II $\text{Zn}_{(\text{aq})}^{2+}$	Fer II $\text{Fe}_{(\text{aq})}^{2+}$	Fer III $\text{Fe}_{(\text{aq})}^{3+}$
Précipité :				

Document 2 : tests de reconnaissance de quelques gaz

- Le dioxyde de carbone $\text{CO}_{2(g)}$ est un gaz qui en barbotage dans l'eau de chaux fait apparaître un précipité blanc de carbonate de calcium.
- Le dioxygène $\text{O}_{2(g)}$ est un gaz capable de raviver la pointe incandescente d'un morceau de fusain.
- Le dihydrogène $\text{H}_{2(g)}$ est un gaz capable de produire une détonation caractéristique plus ou moins importante en présence d'une flamme.

Contexte : extrait d'une notice d'un fabricant de toitures en zinc

« Lorsqu'une eau ruisselle sur une toiture en métal, elle peut se charger en ions métalliques. Ce phénomène est plus marqué en milieu urbain où les pluies sont acides du fait de la pollution atmosphérique. Si ces ions entrent ensuite en contact avec un autre type de métal, ils peuvent alors, selon la nature de ce dernier, accélérer sa corrosion. Il faut donc éviter de poser un métal au-dessus d'un second susceptible de réagir avec les ions métalliques issus du premier. Ainsi, il convient d'installer de haut en bas d'une toiture les métaux dans l'ordre suivant :

1. zinc
2. fer
3. cuivre »

**La démarche expérimentale**

1. Quelles expériences entre ion métallique et un métal peut-on élaborer pour illustrer le conseil donné dans la notice du fabricant de toiture en zinc ?
2. À partir du classement des métaux proposé par ce fabricant, en déduire celles qui donneront lieu à une transformation chimique.
3. Prévoir alors les observations auxquelles on peut s'attendre lors des tests d'identification permettant de confirmer les transformations qui se seront produites.
4. Faire les schémas des expériences et mettre en œuvre les protocoles expérimentaux.
5. Écrire les équations des réactions chimiques qui ont effectivement lieu entre les cations métalliques et les métaux
6. À partir de ces équations, proposer une explication de la transformation d'un cation métallique en métal, ainsi que la transformation d'un métal en un cation métallique.
7. Les réactions chimiques dont les équations ont été établies à la question [5], sont-elles des réactions d'oxydoréductions ? Dans l'affirmative, indiquer les couples rédox mis en jeu.

Suivi de l'avancement d'une réaction chimique

Objectifs d'apprentissage :

- Déterminer la composition du système dans l'état final en fonction de sa composition initiale pour une transformation considérée comme totale.
- Déterminer l'avancement final d'une réaction à partir de la description de l'état final et comparer à l'avancement maximal.
- Capacité numérique : Déterminer la composition de l'état final d'un système siège d'une transformation chimique totale à l'aide d'un langage de programmation.

Document 1 : matériels et produits mis à disposition

- 1 burette graduée
- 1 agitateur magnétique + barreau aimanté
- 1 baguette aimantée
- 2 bêchers de 50 mL
- 1 verre à pied
- 1 erlenmeyer de 100 mL
- 1 pipette jaugée de 20 mL
- 1 pipeteur à piston
- 1 fiole jaugée de 50 mL
- 1 pipette jaugée de 10 mL
- 2 erlenmeyers de 50 mL
- 1 jeu de quatre cuvettes de spectrophotométrie
- 4 pipettes compte-goutte (dite pasteur)
- du papier d'essuyage
- 1 spectrophotomètre USB + logiciel
- solution de diiode $C_{m,I_2} = 0,200 \text{ g.L}^{-1}$ dans iodure de potassium à $0,10 \text{ mol.L}^{-1}$ - flacon 60 mL
- solution de thiosulfate de sodium à $C_{S_2O_3^{2-}} = 2,00 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$ - flacon 60 mL

But des travaux pratiques

Le diiode $I_2(aq)$ et les ions thiosulfate $S_2O_3^{2-}(aq)$ réagissent selon transformation chimique modélisée par une réaction d'oxydoréduction que nous supposerons totale. Nous allons nous intéresser à l'avancement final de chaque système chimique, siège de cette transformation, préparé selon des quantités variables de réactifs introduits à l'état initial.

Travail préparatoire

Réaction chimique étudiée :

1. Sachant que le diiode $I_2(aq)$ est l'oxydant conjugué de l'ion iodure $I_-(aq)$ et que l'ion thiosulfate $S_2O_3^{2-}(aq)$ est le réducteur conjugué de l'ion tétrathionate $S_4O_6^{2-}(aq)$, proposer une équation de la réaction modélisant la transformation chimique étudiée.
2. Quelle relation algébrique portant sur les quantités de matières de toutes les espèces impliquées dans la transformation chimique peut-on écrire ?
3. On propose de déterminer la quantité de matière de diiode restant à l'état final à l'aide d'une mesure d'absorbance d'un échantillon du milieu réactionnel. Exprimer la relation entre l'absorbance et la quantité de matière de diiode présent à l'état final.

Loi de Beer-Lambert et droite d'étalonnage

On dispose d'une solution de diiode à la concentration en masse de soluté égale à $C_{m,I_2} = 0,200 \text{ g.L}^{-1}$ solubilisé par une solution aqueuse d'iodure de potassium à la concentration de $0,10 \text{ mol.L}^{-1}$.

- En tenant compte du matériel mis à votre disposition, proposer un mode opératoire permettant d'obtenir une droite d'étalonnage $[I_{2(aq)}] = f(A_\lambda)$ à partir de trois points de mesure.
- Justifier le choix d'une longueur d'onde de travail $\lambda = 450 \text{ nm}$ pour réaliser vos mesures d'absorbance avec le plus de précision ?
- Mettre en œuvre le mode opératoire après validation par le professeur
- Reproduire et compléter le tableau de résultats ci-dessous :

$[I_{2(aq)}]$ (mmol.L^{-1})	0,788			
A_λ				

Donnée : $M(I) = 126,9 \text{ g.mol}^{-1}$

Détermination de l'avancement final et de la composition du système chimique dans l'état final.

Mode opératoire

- Introduire à la pipette jaugée, dans un erlenmeyer, un volume $V_1 = 20,0 \text{ mL}$ de solution de diiode à la concentration en masse de soluté égale à $C_{m,I_2} = 0,200 \text{ g.L}^{-1}$.
- Remplir une burette graduée avec une solution de thiosulfate de sodium de concentration en soluté égale à $C_{S_2O_3^{2-}} = 2,00 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$
- Au fur et à mesure des ajouts d'un volume V de solution contenant les ions thiosulfate dans l'erlenmeyer, reproduire et compléter le tableau suivant en indiquant les quantités de matière présentes :

n° groupe	V (mL)	A_λ	x_f	$I_{2(aq)}$	$S_2O_3^{2-}$		$I^-_{(aq)}$	$S_4O_6^{2-}$
			avancement final	quantité restante	quantité versée	quantité dans le bêcher	quantité formée	quantité formée
1 & 5	10,0							
	12,0							
2 & 6	14,0							
	15,0							
3 & 7	16,0							
	17,0							
4 & 8	18,0							
	20,0							
	22,0							

- Remarques :
 - pour pouvoir déterminer aisément la quantité de matière en diiode restante, penser à reverser dans l'erlenmeyer le volume de solution prélevé dans la cuve de spectrophotométrie avant tout nouvel ajout de réactif.
 - Faire trois mesures en commençant par le volume versé correspondant au n° du groupe et les deux volumes suivants : par exemple le groupe n°6 effectue les deux mesures correspondant à un volume versé de 14,0 mL et de 15,0 mL.
 - Récupérer les données manquantes chez vos camarades des autres groupes.

Pour quel volume de solution versé a-t-on un changement de réactif limitant ?

Titrage des ions fer II par manganimétrie

Objectifs d'apprentissage :

- Relier l'équivalence au changement de réactif limitant et à l'introduction des réactifs en proportions stœchiométriques.
- Établir la relation entre les quantités de matière de réactifs introduites pour atteindre l'équivalence.
- Expliquer ou prévoir le changement de couleur observé à l'équivalence d'un titrage mettant en jeu une espèce colorée.
- Réaliser un titrage direct avec repérage colorimétrique de l'équivalence pour déterminer la quantité de matière d'une espèce dans un échantillon.

Document 1 : matériels et produits mis à disposition

- | | |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"> — 1 burette graduée — 1 agitateur magnétique + barreau aimanté — 1 baguette aimantée — 3 bêchers de 50 mL — 1 verre à pied — 1 erlenmeyer de 100 mL — 1 pipette jaugée de 20 mL — 1 pipeteur à piston — 1 fiole jaugée de 50 mL — 1 pipette jaugée de 5 mL | <ul style="list-style-type: none"> — 1 pipette compte-goutte (dite pasteur) — du papier d'essuyage — solution de sulfate de fer (II) - 4% en fer - flacon 60 mL — solution acidifiée de permanganate de potassium à $2,00 \times 10^{-2}$ mol.L⁻¹ - flacon 60 mL <p>Données :</p> <p>$M(Fe) = 55,85 \text{ g.mol}^{-1}$</p> <p>densité de la solution commerciale : $d = 1,00$</p> |
|---|--|

Document 2 : la chlorose ferrique des plantes et son traitement

La chlorose se manifeste par un jaunissement progressif des feuilles, qui perdent leur chlorophylle, ce qui entraîne un affaiblissement de la plante atteinte.

Elle apparaît souvent à la fin de l'été, mais peut être présente toute l'année sur des plantes à feuillage persistant.

Selon les espèces et l'intensité de la chlorose, cette décoloration est plus ou moins sévère et étendue. Les causes pouvant empêcher la synthèse de la chlorophylle sont nombreuses et peuvent être multiples :

- Un sol inadapté à la plante concernée, parce que celui-ci est trop calcaire, trop compact ou encore à humidité stagnante.
- Des carences en sels minéraux, tels que le fer ou le manganèse (et aussi zinc, magnésium, potassium et phosphore), ou en azote. Ces carences sont rares en pleine terre, mais communes dans les cultures en pot.



Contre la carence en fer dans les terrains à tendance calcaire, le traitement se fait principalement par apport de chélates de fer. Des produits tout prêts permettent un apport progressif et prolongé de fer rapidement absorbable pendant la durée de la végétation. C'est le cas du sulfate de fer dont il faut toutefois en contrôler l'apport à cause de sa toxicité à doses élevées.

But des travaux pratiques

On souhaite vérifier la teneur en fer – ions fer II – d'un produit phytosanitaire utilisé dans le traitement de la chlorose ferrique du gazon. Ce dernier se présente sous forme d'une suspension concentrée de sulfate de fer (II) dont la teneur massique en fer est de 4 %. On l'emploie généralement en diluant 10 fois cette suspension dans de l'eau à raison d'un litre de suspension concentrée pour dix litres de produit à épandre.

Travail préparatoire

Réaction support du titrage :

- Sachant que l'ion fer (III) $\text{Fe}_{(\text{aq})}^{3+}$ est l'oxydant conjugué de l'ion fer (II) $\text{Fe}_{(\text{aq})}^{2+}$ et que l'ion manganèse $\text{Mn}_{(\text{aq})}^{2+}$ est le réducteur conjugué, en milieu acide, de l'ion permanganate $\text{MnO}_{4}^{-}{}_{(\text{aq})}$, proposer une équation de la réaction de support du titrage.
- Quelle relation algébrique portant sur les quantités de matières des réactifs titrant et titré introduites à l'équivalence peut-on écrire ?
- La présence des espèces chimiques citées dans le tableau ci-dessous confère une coloration à une solution aqueuse :

espèce chimique	$\text{Fe}_{(\text{aq})}^{2+}$	$\text{Fe}_{(\text{aq})}^{3+}$	$\text{MnO}_{4}^{-}{}_{(\text{aq})}$	$\text{Mn}_{(\text{aq})}^{2+}$
couleur de la solution	vert pâle	orangée	violacée intense	incolore

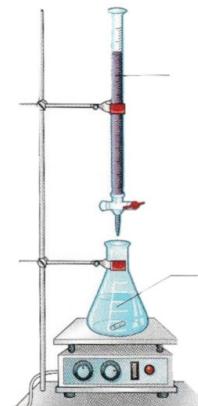
Comment repère-t-on l'équivalence du titrage des ions fer (II) par manganimétrie ?

- La solution commerciale (suspension) est trop concentrée pour être titrée directement. On va donc procéder à une dilution au dizième. À l'aide du matériel mis à votre disposition, proposer une protocole pour réaliser cette solution diluée.

Document 3 : protocole de titrage des ions fer (II) par les ions permanganates (manganimétrie)

Une burette a été préparée (rincée, purgée et mise à zéro) avec une solution de concentration en quantité de matière $c_1 = 20,0 \text{ mmol.L}^{-1}$ de permanganate de potassium ($\text{K}_{(\text{aq})}^{+}$; $\text{MnO}_{4}^{-}{}_{(\text{aq})}$) acidifiée par l'acide sulfurique. Une pipette de 20,0 mL a été rincée avec la solution titrée c'est-à-dire la solution diluée 10 fois de produit phytosanitaire à étudier.

- Prélever un échantillon de volume $V_0 = 20,0 \text{ mL}$ de solution diluée dix fois de produit phytosanitaire à étudier et le verser dans un erlenmeyer.
- Disposer l'erlenmeyer sur un agitateur magnétique sous la burette. On interposera une feuille blanche de papier d'essuyage entre l'erlenmeyer et le plateau de l'agitateur magnétique
- Ajouter progressivement la solution titrante tout en maintenant une agitation douce.
- Lorsqu'un changement de coloration fugace apparaît, ajouter goutte à goutte la solution titrante.
- Cesser l'ajout dès que la coloration persiste à la goutte près et relever la valeur V_E du volume de solution titrante versée.



Mise en œuvre du titrage.

- Mettre en œuvre le protocole du titrage décrit dans le document 5.
- Reproduire et légendier le schéma du dispositif de titrage.

2. Pourquoi a-t-on interposé une feuille blanche de papier d'essuyage entre l'erlenmeyer et le plateau de l'agitateur magnétique ?
3. Avec quelle incertitude mesure-t-on le volume V_E de solution titrante versé à l'équivalence ?
4. Déterminer la concentration en quantité de matière d'ions fer (II) de l'échantillon titré.

Exploitation du titrage

1. Déduire de la mesure de V_E la concentration en quantité de matière d'ions fer (II) $[\text{Fe}_{(\text{aq})}^{2+}]_i$ de la solution diluée puis C_{exp} de la solution commerciale.
2. Quelle est la teneur en fer de la solution commerciale ?
3. Comparer la valeur C_{exp} avec celle C_{phyto} déduite de l'étiquette du fabricant. On calculera un écart relatif ε pour ce faire.
4. Calcul d'incertitude :

—
$$U(C_{exp}) = 2 C_{exp} \cdot \sqrt{\left(\frac{u(V_{\text{pipette1}})}{V_{\text{pipette1}}} \right)^2 + \left(\frac{u(V_{\text{fiole}})}{V_{\text{fiole}}} \right)^2 + \left(\frac{u(V_{\text{pipette2}})}{V_{\text{pipette2}}} \right)^2 + \left(\frac{u(C_1)}{C_1} \right)^2 + 2 \left(\frac{u(V_{\text{burette}})}{V_{\text{burette}}} \right)^2}$$

	pipette 1	fiole	pipette 2	concentration	burette
valeur	5,0 mL	50,0 mL	20,0 mL	C_1	V_E
incertitude	0,015 mL	0,06 mL	0,03 mL	0,05 mmol/L	0,05 mL

5. Calculer le Z-score : $\zeta = \left| \frac{C_{exp} - C_{phyto}}{U(C_{exp})} \right|$.

Pour $\zeta < 2$ on considère que l'écart relatif ε n'est pas significatif et que la concentration C_{phyto} est confirmée par le titrage à plus de 95%.

Pouvoir calorifique massique de l'éthanol

Le pouvoir calorifique (PC) d'un combustible permet de comparer entre elles différentes énergies comme le bois, le gaz naturel, le gaz propane, le fioul, les granulés de bois, etc. afin de connaitre et de savoir quelle ressource produit le plus de chaleur (transfert thermique) lors de sa combustion.

Le pouvoir calorifique s'exprime en quantité d'énergie par quantité de combustible : pour le bois énergie en kWh/kg, le gaz naturel en kWh/m³, le gaz propane ou l'essence en kWh/kg, le charbon en kWh/tonne et le fioul domestique en kWh/litre.

Comment peut-on le déterminer dans le cas de l'éthanol ? Quel lien peut-on faire avec les énergies des liaisons chimiques rompues et formées au cours de la réaction de combustion et le pouvoir calorifique ?

Document 1 – Données sur l'éthanol

L'éthanol C₂H₅OH peut être incorporé dans l'essence. Il est produit sous forme de bioéthanol à partir du sucre de canne, de betterave ou bien de maïs. La valeur de son pouvoir calorifique massique est inférieure à celle de l'essence, qui vaut 44 MJ/kg. Ainsi, le supercarburant E10, qui est un supercarburant sans plomb contenant 10% d'éthanol en volume, ne libère pas autant d'énergie qu'un supercarburant ne contenant que de l'essence. Pour fournir une même puissance motrice, le moteur utilisant ce supercarburant devra en consommer davantage.



masse volumique	0,789 g.cm ⁻³
température de vaporisation	79 °C (352 K)
capacité thermique massique	2460 J.kg ⁻¹ .°C ⁻¹
chaleur latente de vaporisation	855 kJ.kg ⁻¹
sécurité	

Document 2 – Données sur l'eau et l'aluminium

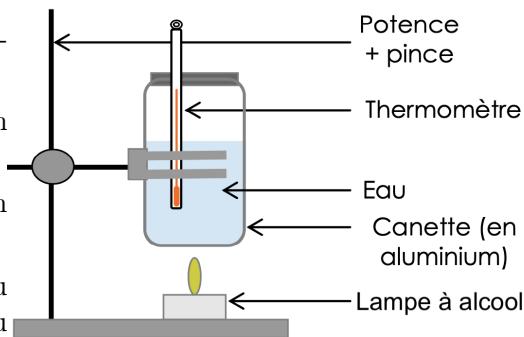
	eau	aluminium
masse volumique	0,998 g.cm ⁻³	2,699 g.cm ⁻³
température de vaporisation	100 °C (373 K)	2 519 °C (2 792 K)
capacité thermique massique	4 185 J.kg ⁻¹ .°C ⁻¹	897 J.kg ⁻¹ .°C ⁻¹
chaleur latente de vaporisation	2,26 MJ.kg ⁻¹	10,89 MJ.kg ⁻¹

Document 3 – matériel et produits mis à disposition

- 1 éprouvette de 250 mL
- 1 brûleur (lampe) à alcool rempli d'éthanol
- une canette en aluminium format 33 cl (type sodas)
- 1 balance numérique (précision centigramme)
- 1 potence avec pince large
- 1 thermomètre numérique

Première partie : expérience

- Peser la masse m_0 d'un brûleur (lampe) à alcool rempli d'éthanol
- Peser la masse m_c de la canette d'aluminium vide
- Introduire à l'éprouvette dans la canette en aluminium un volume de 200 mL d'eau
- Peser de nouveau la canette avec son eau pour déterminer précisément la masse d'eau m_{eau} introduite.
- Installer la canette au dessus du brûleur à quelques centimètres de la mèche.
- Relever la température initiale θ_i de l'eau en équilibre thermique avec la canette.
- Utiliser le brûleur pour chauffer la canette et son contenu jusqu'à obtenir une élévation de température de 30°C au moins. Éteindre et retirer le brûleur de dessous la canette.
- Relever la température finale θ_f de l'eau en équilibre thermique avec la canette.
- Peser la masse m_1 du brûleur.



Deuxième partie : Analyse des transferts d'énergie

1. Déterminer les valeurs des transferts thermiques Q_{eau} et $Q_{canette}$ reçue par l'eau et la canette.
2. Dans l'hypothèse où toute l'énergie Q libérée par la combustion est transmise thermiquement à la canette et son eau, quelle relation peut-on écrire entre Q , Q_{eau} et $Q_{canette}$.
3. Déterminer la valeur de l'énergie libérée par la combustion d'un kilogramme d'éthanol à l'état liquide lors de sa combustion.
4. Recopier et compléter le tableau ci-après avec l'ensemble des résultats de la classe, afin d'améliorer la précision du résultat.

groupe n°	1	2	3	4	5	6	7	8
PC (MJ.kg $^{-1}$)								

5. Déterminer la valeur moyenne \bar{PC} du PC de l'éthanol et son incertitude-type $u(PC) = \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$ avec σ l'écart-type donné par la calculette et n le nombre de valeurs.
6. Comparer cette valeur au PC de l'essence.

Troisième partie : Énergie de la réaction de combustion de l'éthanol

1. Écrire l'équation de la réaction de combustion complète de l'éthanol (gazeux) et ajuster les nombres stoechiométriques en affectant la valeur unité à celui de l'éthanol.
2. En faisant le bilan des liaisons rompues et formées lors de la réaction, montrer que l'énergie molaire de combustion de l'éthanol vaut -1259 kJ.mol $^{-1}$.

liaison	C – C	C – O	C – H	H – H	O – H	O = O	C = C	C = O
E_ℓ (kJ.mol $^{-1}$)	345	358	415	436	463	498	615	804

3. En réalité, pour s'enflammer, l'éthanol doit au préalable se vaporiser. Calculer la part Q_v de l'énergie libérée par la combustion pour vaporiser l'éthanol.
4. À partir de l'énergie molaire de combustion, déterminer le PC « corrigé » de la nécessaire vaporisation l'éthanol liquide et comparer cette valeur avec la valeur moyenne obtenue à la deuxième partie. Conclure.

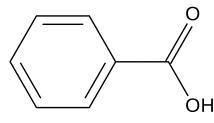
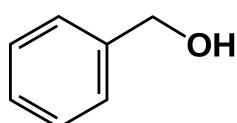
Synthèse en chimie organique

PRÉPARATION DE L'ACIDE BENZOÏQUE PAR OXYDATION DE L'ALCOOL BENZYLIQUE

L'acide benzoïque est classé dans la catégorie des conservateurs c'est-à-dire des substances qui prolongent la durée de conservation des denrées alimentaires en les protégeant des altérations dues aux micro-organismes ; il figure dans de nombreuses boissons sans alcool. Son code européen est E210. Il existe également quelques autres conservateurs courants dérivés de l'acide benzoïque : le benzoate de sodium (E211), le benzoate de potassium (E212) et le benzoate de calcium (E213).

Principe de la synthèse :

Les formules topologiques de l'acide benzoïque et de son précurseur sont représentées ci-dessous :



alcool benzylique C₆H₅CH₂OH acide benzoïque C₆H₅CO₂H

L'oxydation de l'alcool benzylique est lente, un chauffage est nécessaire (chauffage à reflux). Pour éviter une réaction parasite au cours de la synthèse de l'acide benzoïque avec son précurseur (estérification de Fisher), on effectue l'oxydation par un oxydant puissant, le permanganate de potassium, en milieu basique (en présence de carbonate de sodium).

L'acide benzoïque est donc obtenu sous sa forme basique, à savoir l'ion benzoate ; les ions permanganate en milieu basique sont réduits en dioxyde de manganèse, solide marron de formule MnO_{2(s)}. On procède ensuite à la précipitation de l'acide benzoïque en milieu acide. L'acide benzoïque est alors cristallisé, filtré et séché.

Document 1 – Données

	alcool benzylique	benzoate de sodium	acide benzoïque	permanganate de potassium
masse molaire en g.mol ⁻¹	108	–	122	158
masse volumique en g.cm ⁻³	1,04	–	1,3	–
solubilité dans l'eau en g.dm ⁻³	35 à 20°C	630 à 20 °C	2,9 à 20°C / 68 à 95°C	–
température d'ébullition en °C	205	–	–	–

Couples rédox : MnO₄⁻(aq)/MnO_{2(s)}, HO_(aq)⁻ et C₆H₅CO₂⁻/C₆H₅CH₂OH

Document 2 – matériel et produits mis à disposition pour la synthèse

- | | |
|--|--|
| <ul style="list-style-type: none"> — 2 éprouvettes de 10 et 100 mL — 1 montage de chauffage à reflux comportant : <ul style="list-style-type: none"> — 1 ballon à fond rond, — 1 réfrigérant à boule maintenu par une pince sur une potence, — 1 chauffe-ballon thermostaté, — 1 élévateur à croisillon, — 1 valet en liège, — 1 balance numérique, | <ul style="list-style-type: none"> — 1 verre à pied, — 1 sabot de pesée, — 1 spatule, pissette d'eau distillée — carbonate de sodium : flacon + cuillère + verre de montre, — permanganate de potassium : flacon + cuillère + verre de montre, — gants et gants anti-chaleur, — alcool benzylique (sous la hotte) : flacon + bêcher et verre de montre + pipette compte-goutte. |
|--|--|

Première partie : synthèse de l'acide benzoïque

- Mettre des gants et des lunettes de protection. Fermer la blouse.
- Retirer le ballon à fond rond du montage de chauffage à reflux et le poser sur le valet en liège sur la paillasse.
- Introduire dans le ballon à fond rond :
 - 2,0 g de carbonate de sodium (il rend le milieu basique),
 - 100 mL d'eau distillée,
 - 4,5 g de permanganate de potassium,
 - 2,5 mL d'alcool benzylique, situé sous la hotte au fond de la salle,
 - quelques grains de pierre ponce (la pierre ponce sert à réguler l'ébullition en facilitant la formation de petites bulles de gaz à sa surface),
- Placer le ballon dans le chauffe-ballon et remonter le support élévateur pour replacer le ballon sur le réfrigérant à boules avec la pince.
- Mettre en route la circulation d'eau dans le réfrigérant à boules.
- Mettre en route le chauffage. Réglér le thermostat au 2/3 environ du maximum et, dès que l'ébullition démarre, baisser le thermostat au minimum.
- Laisser la réaction se dérouler pendant 30 minutes environ. Pendant ce temps, répondre aux questions.
- A la fin des 30 minutes, arrêter le chauffage et descendre le support élévateur.
- Laisser refroidir le ballon quelques minutes à l'air libre (avec encore la circulation d'eau dans le réfrigérant).
- Arrêter la circulation d'eau froide dans le réfrigérant.
- Avec le gant anti-chaleur, prendre délicatement le ballon et faire refroidir l'extérieur du ballon sous l'eau du robinet.

Questions :

1. Dessiner le schéma du montage de chauffage à reflux et y adjoindre les désignations des ustensiles et produits.
2. À quoi sert la pierre ponce introduite dans le mélange réactionnel ?
3. À quoi sert le réfrigérant à boules ?
4. Quel est l'intérêt d'un montage à reflux pour une synthèse ?
5. Calculer la quantité de matière d'ions permanganate introduite.

6. Calculer la masse d'alcool benzylique introduite, puis sa quantité de matière.
7. Écrire l'équation de la réaction de synthèse et dresser son tableau d'évolution (tableau d'avancement).
8. En déduire le réactif limitant de la réaction.
9. Calculer la quantité de matière théorique d'ions benzoate que l'on peut obtenir.

Deuxième partie : extraction de l'acide benzoïque

Document 3 – matériel mis à disposition pour l'extraction solide/liquide

- | | |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"> — 1 montage de filtration sous vide/pression réduite comprenant : — 1 entonnoir Büchner avec joint conique, — 1 fiole à vide maintenue par une pince sur une potence, — 1 trompe à eau, — 1 filtre rond, — 1 erlenmeyer de 150 mL. | <ul style="list-style-type: none"> — 1 cristallisoir (diamètre double de l'erlenmeyer) — 1 éprouvette 50 mL + pipette compte-goutte — de la glace pilée + cuillère — acide chlorhydrique concentré (environ 1 mol/L) - flacon 60 mL — du papier absorbant — boîte de Pétri |
|---|--|

Il s'agit d'éliminer le précipité marron de dioxyde de manganèse par une filtration sous vide (pression réduite), pour ensuite transformer l'ion benzoate du filtrat en acide benzoïque.

A) Filtration du mélange réactionnel

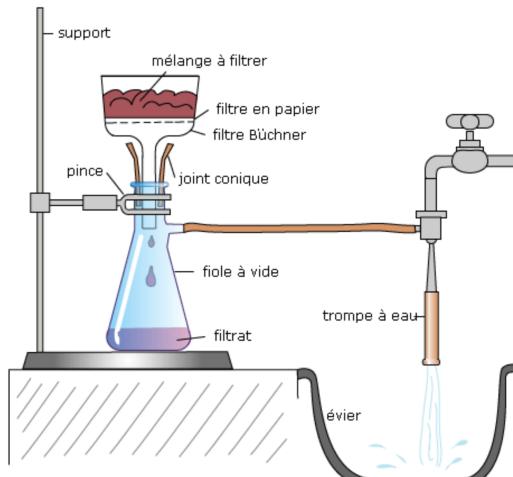
- Placer un papier filtre rond dans l'entonnoir Büchner.
- Verser un peu d'eau distillée sur le papier filtre rond pour l'humidifier de manière homogène. Il va ainsi « coller » à la grille de l'entonnoir.
- Ouvrir le robinet d'eau de la trompe reliée à la fiole à vide.

La trompe à eau, par son appel d'air, crée une dépression dans la fiole. Le mélange à filtrer est alors aspiré au travers du papier filtre.

- Verser en plusieurs fois le contenu du ballon dans l'entonnoir Büchner.

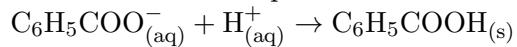
Pendant la filtration, appuyer doucement sur l'entonnoir avec la paume de la main, de façon à bien plaquer l'entonnoir et le joint contre la fiole, pour assurer une bonne étanchéité.

- Quand la filtration est terminée, fermer le robinet d'eau.
- Si le filtrat est à peu près incolore (peu probable), passer à l'étape suivante. Si le filtrat est marron, du dioxyde de manganèse est passé sur les côtés du filtre. Il faut procéder à une deuxième filtration. Pour cela :
 - Retirer le filtre rempli de dioxyde de manganèse avec la spatule et le mettre à la poubelle.
 - Récupérer le filtrat dans un erlenmeyer.
 - Remettre un filtre rond dans l'entonnoir, l'humidifier si nécessaire et recommencer la filtration.
- Récupérer le filtrat incolore dans un erlenmeyer. Ce filtrat contient les ions benzoate synthétisés.



B) Transformation de l'ion benzoate en acide benzoïque

On procède à la cristallisation de l'acide benzoïque par acidification du milieu réactionnel. En milieu acide, l'ion benzoate se transforme en acide benzoïque suivant la réaction totale :



- Remplir à moitié le cristallisoir d'eau du robinet et y ajouter quelques cuillères de glace pilée.
- Placer l'rlenmeyer contenant le filtrat dans le cristallisoir d'eau glacée.
- Ajouter dans l'rlenmeyer, très doucement et par petites quantités, environ 40 mL d'acide chlorhydrique concentré : un précipité blanc d'acide benzoïque se forme progressivement.

10. Pourquoi acidifie-t-on le filtrat obtenu à l'étape précédente ?
11. Pourquoi place-t-on l'rlenmeyer dans un cristallisoir contenant de l'eau glacée ?
 - Réaliser une filtration sous vide du mélange pour récupérer l'acide benzoïque solide.
 - Bien rincer l'acide benzoïque présent dans le filtre à l'eau distillée.
 - Récupérer soigneusement avec la spatule l'acide benzoïque et le poser au milieu d'une feuille de papier absorbant. Presser avec une autre feuille la poudre pour absorber le maximum d'eau.
 - Recommencer avec une nouvelle feuille de papier absorbant pour bien sécher la poudre.
 - Peser la boîte de Pétri en verre (avec son couvercle) et appuyer sur la touche tare de la balance.
 - Déposer l'acide benzoïque dans la boîte de Pétri et le peser.
12. Noter la masse d'acide benzoïque obtenu expérimentalement.
13. Calculer la quantité de matière d'acide benzoïque obtenu expérimentalement, notée n_{exp} .
14. En utilisant le résultat de la question 9, en déduire la quantité de matière théorique d'acide benzoïque que l'on peut obtenir, notée n_{th} .

Le rendement d'une synthèse est une mesure de son efficacité. Il se note η (lettre grecque éta).

Il est égal au rapport de la quantité de matière de produit pur obtenu expérimentalement (notée n_{exp}) à la quantité de matière maximale théorique de produit (notée n_{th}). C'est un nombre sans unité, compris entre 0 et 1. On peut également l'exprimer en pourcentage.

15. Calculer le rendement η de la synthèse effectuée.
 - Ranger le matériel et rincer l'ensemble de la verrerie.

Extraction liquide-liquide en chimie organique

Le benzaldéhyde est une espèce chimique organique odorante, contenue dans les amandes amères. À l'état pur, il est liquide à température ordinaire. On sait l'obtenir par extraction à partir de ces amandes : on obtient l'extrait naturel d'amande amère. On sait aussi le synthétiser en laboratoire : on obtient le benzaldéhyde commercial, liquide beaucoup moins coûteux, qui est souvent utilisé pour parfumer les pâtisseries et boissons, en particulier le sirop d'orgeat.

Comment peut-on extraire le benzaldéhyde d'une solution aqueuse de sirop d'orgeat ?

Document 1 – Opérations d'isolement en synthèse organique

Des opérations de séparation sont systématiquement mises en œuvre dans les protocoles de synthèse organique. D'après le Larousse, séparer signifie « *Mettre à part, éloigner l'une de l'autre ou les unes des autres des choses qui étaient ensemble* ».

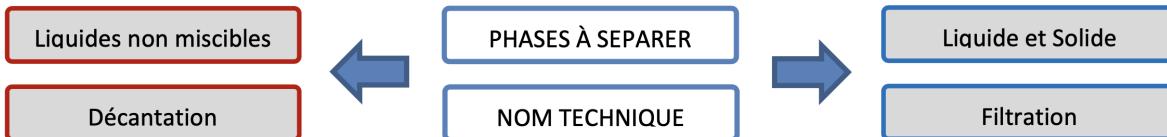
Les trois étapes d'une séparation :

1. Mettre en présence deux phases non miscibles, aisément isolables l'une de l'autre,
2. Permettre aux espèces de se répartir différemment entre ces deux phases,
3. Isoler chacune des deux phases.

Les situations les plus rencontrées de phases non miscibles en chimie organique sont :

- deux liquides non miscibles (eau et cyclohexane par exemple),
- un liquide et un solide qui ne s'y dissout pas (ou suffisamment peu).

Deux principaux procédés d'isolement mis en œuvre en chimie organique :



Il faudrait rajouter à ce descriptif l'utilisation de l'*évaporateur rotatif* qui permet d'évaporer rapidement de grandes quantités de solvant. Pour abaisser la température d'ébullition de ce dernier, l'appareil travaille sous pression réduite, ce qui permet de limiter le recours au chauffage.

Document 2 – Équilibre de partage entre deux phases liquides

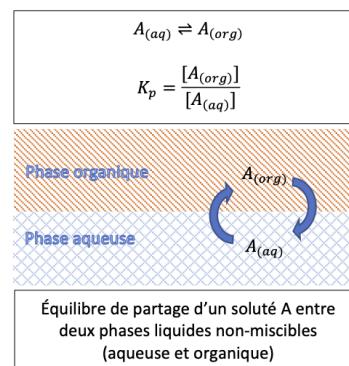
L'extraction liquide-liquide repose sur la différence de solubilité d'un soluté entre deux phases liquides non-miscibles.

Considérons un soluté A en solution dans l'eau à extraire par une phase organique non-miscible à l'eau. Lorsque les deux phases liquides sont en contact il s'établit un équilibre de partage pour A (cf. figure).

Cet équilibre est caractérisé par une constante thermodynamique K_p appelée le coefficient de partage : $K_p = \frac{[A_{(org)}]_{eq}}{[A_{(aq)}]_{eq}}$.

L'extraction sera d'autant plus efficace que le coefficient de partage est grand ; on choisit donc, lorsque cela est possible, un solvant d'extraction dans lequel le soluté est très soluble.

On montre facilement que les extractions multiples sont plus efficaces que l'extraction simple pour un même volume total de solvant utilisé. On privilégiera donc un protocole fractionnant le volume de solvant à introduire dans l'ampoule à décanter.



D'après CultureSciences-Chimie

Document 3 – Caractéristiques de quelques solvants

	eau	dichlorométhane	éther diéthylique (éthoxyéthane)	éthanol
masse volumique (g.cm ⁻³)	0,998	1,33	0,714	0,789
température d'ébullition (°C)	100	40	35	78
solubilité du benzaldéhyde	faible	moyenne	très grande	très grande
miscibilité à l'eau	totale	nulle	faible	totale
pictogramme	—			

La température d'ébullition du benzaldéhyde est de 178,1 °C.

Document 4 – Extraction liquide-liquide à l'aide d'une ampoule à décanter

1. On introduit la solution à extraire et le solvant d'extraction dans l'ampoule à l'aide d'un entonnoir à liquide.

2. Après avoir bouché l'ampoule, on la tient retournée, à deux mains, et on agite énergiquement.

L'agitation énergique de l'ampoule permet d'augmenter l'aire de l'interface entre les deux phases liquide et d'atteindre l'équilibre de partage plus rapidement.

Il faut prendre soin de dégazer entre chaque agitation pour éviter une surpression dans l'ampoule. L'agitation peut provoquer une vaporisation du solvant le plus volatil qui met l'ampoule sous pression. Il faut déboucher l'ampoule lorsqu'on la repose sur son support, toujours pour éviter une surpression.

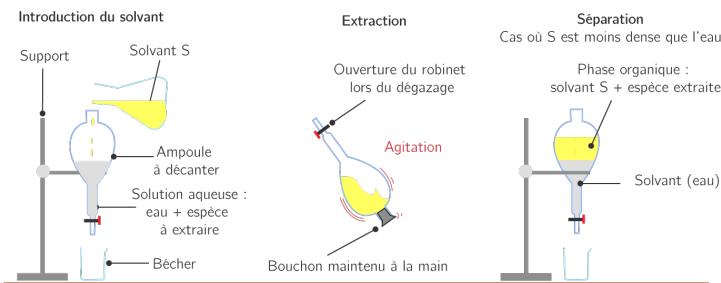
3. On doit ensuite laisser décanter les phases. La séparation est d'autant plus rapide que les masses volumiques sont différentes.

4. On récupère ensuite les deux phases séparément : la phase aqueuse est en général plus dense que les phases organiques, à l'exception des solvants chlorés. Si on a un doute, on peut introduire une goutte d'eau dans l'ampoule et suivre son trajet.

5. On recommence l'extraction de la phase aqueuse avec une nouvelle fraction de phase organique. Une fois l'extraction terminée, on réunit toutes les phases organiques pour le séchage.

Remarque : Durant chacune de ces opérations, il est impératif de conserver toutes les phases (aqueuses et organiques) extraites, même si celles-ci ne vont plus nous servir, en cas d'erreur.

Protocole décrit en vidéo : https://youtu.be/r9yMj_Gb8rE



Document 5 – matériel et produits mis à disposition

- | | |
|--|--|
| — 2 éprouvettes de 10 et 50 mL | — 1 lampe à UV pour révélation des plaques CCM |
| — 1 ampoule à décanter | — pissette d'eau distillée |
| — 1 potence avec anneau support d'ampoule | — gants |
| — 1 verre à pied | — dichlorométhane (sous la hotte) : flacon + bécher et verre de montre + pipette compte-goutte |
| — 2 erlenmeyers de 50 et de 100 mL + bouchons | — sirop d'orgeat dilué dans l'eau de moitié (60 mL) |
| — 1 plaque de chromatographie silice fluorescente UV | — benzaldéhyde : petit flacon 60 mL + pipette compte-goutte |
| — 1 cuve d'élution avec couvercle | — arôme d'amande amère liquide (type pâtisserie) + pipette compte-goutte |
| — 1 plaque alvéolée à échantillon | — sulfate de magnésium anhydre |
| — des pics en bois ou des tubes capillaires | — flacon poubelle à solvants organiques (sous la hotte) |
| — 1 petit entonnoir avec filtre en papier | |
| — 1 spatule | |

Première partie : extraction du benzaldéhyde du sirop dilué

1. Choisir le solvant le plus efficace pour réaliser l'extraction du benzaldéhyde présent dans la solution aqueuse de sirop d'orgeat. Justifier ce choix en donnant deux critères.
2. Quelles sont les consignes de sécurité à respecter lors de la manipulation du solvant choisi ?
3. Faire le schéma de l'ampoule à décanter en précisant et justifiant la composition des phases liquides inférieure et supérieure dans l'ampoule ?
4. Élaborer le protocole expérimental permettant d'extraire le benzaldéhyde de 20 mL de sirop d'orgeat avec 10 mL de solvant en deux fractions.
5. Réaliser le protocole et ajouter du sulfate de magnésium anhydre pour sécher la phase organique récupérée.
6. Filtrer le décantat sur papier.

Deuxième partie : chromatographie du décantat

1. Verser dans la cuve à élution sur 1 cm de hauteur maximum du dichlorométhane (éluant) et couvrir
2. Préparer la plaque de chromatographie sur couche mince pour recevoir 4 échantillons : sirop d'orgeat [1], arôme d'amande amère [2], benzaldéhyde [3] et décantat [4] (ligne de dépôt à 1,5 cm du bord inférieur de la plaque).
3. Faire les dépôts des échantillons sur la plaque puis placer celle-ci dans la cuve et replacer le couvercle.
4. Laisser s'effectuer l'élution jusqu'à 1 cm de bord supérieur de la plaque.
5. Révéler la plaque au UV et déterminer le rapport frontal du benzaldéhyde.

groupe n°	1	2	3	4	5	6	7	8
Rapport frontal								

6. Le décantat extrait du sirop est-il pur (hormis la présence du solvant d'extraction) ? Justifier.
7. Proposer (sans le réaliser) un protocole qui permette ensuite d'obtenir le benzaldéhyde pur à partir du décantat.