

# Protocoles de chimie utiles

Agrégation physique chimie option physique 2022

## Table des matières

Index	4
Ressources	9
<b>I Manipulations illustratives</b>	<b>10</b>
I.1 Acide-base . . . . .	10
🔺 1 Échelle de pH avec une infusion de choux rouge . . . . .	10
I.2 Oxydoréduction . . . . .	11
🔺 2 Comparaison des propriétés redox des halogènes . . . . .	11
🔺 3 Propriétés acidobasiques et redox des alcalins et des alcalino-terreux . . . . .	12
🔺 4 Le caméléon oxydoréducteur . . . . .	13
🔺 5 Électrolyse d'une solution de sulfate de sodium : le papillon bleu	13
🔺 6 Arbre de Diane . . . . .	14
I.3 Précipitation et complexation . . . . .	15
🔺 7 Autour de l'ion cuivre (II) . . . . .	15
🔺 8 Thermochromie des sels de cobalt . . . . .	16
I.4 Tests de caractérisation . . . . .	17
🔺 9 Tests colorés de présence de cations métalliques . . . . .	17
🔺 10 Tests de flamme . . . . .	19
🔺 11 Tests caractéristiques de présence d'anions en chimie minérale .	20
🔺 12 Test des alcools (Lucas) . . . . .	21
🔺 13 Test des carbonyles à la 2,4-DNPH . . . . .	22
🔺 14 Tests spécifiques des aldéhydes . . . . .	23
🔺 15 Tests d'identification des protéines (Biuret) . . . . .	24
🔺 16 Test d'identification des peptides / amines (ninhydrine) . . . .	25
🔺 17 Test d'identification des lipides (Sudan III) . . . . .	25

	⚠ 18	Identification des gaz de combustion . . . . .	26
I.5		Solvants et solutés . . . . .	27
	⚠ 19	Un cocktail chimique coloré . . . . .	27
	⚠ 20	Illustration de la différence mélange homogène/hétérogène . . .	28
	⚠ 21	Transfert de phase du permanganate de potassium . . . . .	29
	⚠ 22	Séparation d'un mélange de colorants dans un sirop de menthe .	30
I.6		Cinétique . . . . .	30
	⚠ 23	Influence de la concentration sur la cinétique . . . . .	30
	⚠ 24	Illustration de quelques types de catalyse . . . . .	31
	⚠ 25	Corrosion différentielle - Blocage cinétique . . . . .	32
	⚠ 26	Horloge chimique de Briggs–Rauscher . . . . .	33
I.7		Thermochimie . . . . .	34
	⚠ 27	Effet thermique de la dissolution . . . . .	34
	⚠ 28	Expérience de la pluie d'or . . . . .	35
	⚠ 29	Influence de la salaison sur la fusion de la glace . . . . .	36

## II Chimie des solutions 37

		Liste des titrages par méthodes et réaction support . . . . .	37
II.1		Dosages colorimétriques par étalonnage . . . . .	38
	⚠ 30	Dosage du bleu brillant dans le curaçao . . . . .	38
	⚠ 31	Dosage des ions permanganate contenus dans une solution de Dakin . . . . .	38
	⚠ 32	Dosage d'un produit phytosanitaire : la bouillie bordelaise . . .	39
II.2		Dosages conductimétriques par étalonnage . . . . .	41
	⚠ 33	Dosage conductimétrique par étalonnage d'un sérum physiologique	41
II.3		Réactions acido-basiques . . . . .	42
	⚠ 34	Détermination du $pK_i$ d'un indicateur coloré . . . . .	42
II.4		Titrages acido-basiques . . . . .	44
	⚠ 35	Étalonnage de la soude au KHP . . . . .	45
	⚠ 36	Titration d'une solution d'ammoniaque commerciale . . . . .	46
	⚠ 37	Titration de l'acide éthanoïque dans le vinaigre . . . . .	46
	⚠ 38	Dosage d'un acide aminé : la glycine . . . . .	47
II.5		Réactions d'oxydoréduction . . . . .	49
	⚠ 39	Séparation sélective des ions Cu II et Fe III . . . . .	49
II.6		Titrages redox . . . . .	51
	⚠ 40	Titration du fer dans un produit commercial . . . . .	51
	⚠ 41	Titration des ions hypochlorite contenus dans un désinfectant : Dakin, eau de javel . . . . .	52
II.7		Précipitation . . . . .	53

II.8	Titration par précipitation . . . . .	53
⚠ 42	Titration conductimétrique d'un sérum physiologique . . . . .	53
⚠ 43	Étalonnage d'une solution de thiocyanate . . . . .	54
⚠ 44	Titration des ions halogénure dans le lait par la méthode de Charpentier–Volhard . . . . .	54
II.9	Réactions de complexation . . . . .	55
⚠ 45	Détermination de la constante de formation de l'ion tétraamminocuivre(II) . . . . .	55
II.10	Titration par complexation . . . . .	56
⚠ 46	Dureté de l'eau . . . . .	56
<b>III</b>	<b>Chimie générale</b>	<b>57</b>
III.1	Cinétique . . . . .	58
⚠ 47	Réaction des ions iodures avec les ions peroxodisulfate . . . . .	58
⚠ 48	Influence de la température sur la vitesse réaction . . . . .	59
III.2	Solvants et solutés . . . . .	59
⚠ 49	Constante de partage du diode entre le cyclohexane et l'eau . . . . .	59
III.3	Neutralisations . . . . .	60
⚠ 50	Neutralisation d'acides/bases . . . . .	60
⚠ 51	Neutralisation d'oxydants forts . . . . .	61
<b>IV</b>	<b>Thermochimie</b>	<b>62</b>
IV.1	Enthalpie standard . . . . .	62
⚠ 52	Chaleur de combustion . . . . .	62
⚠ 53	Chaleur de solvation . . . . .	63
⚠ 54	Chaleur de réaction acide base . . . . .	64
IV.2	Diagrammes binaires . . . . .	65
⚠ 55	Courbes de réchauffement de mélanges eau/éthanol . . . . .	65
⚠ 56	Distillation . . . . .	66
⚠ 57	Courbe de refroidissement du mélange Sn/Pb . . . . .	68
IV.3	Equilibres et évolutions . . . . .	69
⚠ 58	Complexes du cuivre — Influence de la température . . . . .	69
⚠ 59	Equilibre gazeux - Azote - Procédé de Haber-Bosch . . . . .	70
<b>V</b>	<b>Électrochimie</b>	<b>72</b>
V.1	Diagrammes E-pH . . . . .	72
⚠ 60	Titration du d'oxygène dissous dans l'eau du réseau (méthode de Winkler) . . . . .	72
V.2	Conversion d'énergie . . . . .	74

⚠ 61	La pile Daniell : the best – the incontournable . . . . .	74
⚠ 62	Electrolyse de l'eau . . . . .	75
⚠ 63	Étude de l'accumulateur au plomb . . . . .	76
V.3	Courbes intensité-potentiel . . . . .	77
⚠ 64	Evolution des courbes intensité au cours d'un titrage . . . . .	77
⚠ 65	Synthèse de l'eau de javel par électrolyse . . . . .	78
V.4	Corrosion . . . . .	79
⚠ 66	Corrosion du fer . . . . .	79

## VI Chimie organique 81

VI.1	Substitutions nucléophiles . . . . .	81
⚠ 67	Substitution nucléophile monomoléculaire . . . . .	81
VI.2	Réactions sur les dérivés d'acide . . . . .	83
⚠ 68	Déplacement d'équilibre (synthèse de l'ester de banane) . . . . .	83
⚠ 69	Synthèse de l'aspirine . . . . .	84
⚠ 70	Synthèse du paracétamol (Doliprane) . . . . .	85
⚠ 71	Saponification de l'huile d'olive . . . . .	87
VI.3	Réaction sur les H en $\alpha$ . . . . .	88
⚠ 72	Synthèse de l'arôme de cannelle . . . . .	88
⚠ 73	Synthèse d'une molécule colorée : l'indigo . . . . .	89
⚠ 74	Coloration d'un tissu à l'indigo . . . . .	90
VI.4	Synthèses diverses . . . . .	91
⚠ 75	Hydro-halogénéation régiosélective . . . . .	91
VI.5	Extractions . . . . .	92
⚠ 76	Extraction du pigment rouge de paprika . . . . .	92
⚠ 77	Extraction d'une huile essentielle par hydrodistillation . . . . .	93
VI.6	Polymères . . . . .	94
⚠ 78	Synthèse du nylon-6,10 . . . . .	94
VI.7	Biochimie . . . . .	96
⚠ 79	Les propriétés chimique de la vitamine C . . . . .	96
⚠ 80	Hydrolyse de l'amidon . . . . .	97
⚠ 81	Hydrolyse de la caséine . . . . .	98
⚠ 82	Extraction de la caséine du lait . . . . .	99
⚠ 83	Dégradation de l'ovalbumine . . . . .	99

## Bibliographie 101

# Index

- accumulateur, 76
- acide, 60
- acide acétylsalicylique, 84
- acide aminé, 25, 47
- acide faible, 47
- acide gras, 87
- acide-base, 10, 12, **42**, 45–47, 63, 64
- acquisition numérique, 76
- alcalino-terreux, 12
- alcalins, 12
- alcools (test), 21
- aldolisation, 88, 89
- aldéhyde, 88, 89
- aldéhydes (test), 22, 23
- amide, 85
- amidification, 85
- amidon, 97
- amine, 85
- ammoniaque, 46
- analyse thermique, 65, 68
- anhydride, 85
- anode sacrificielle, 79
- arbre de diane, 14
- argent, 14
- arome, 83
- athermique, 34
- azote, 70
- azéotrope, 65, 66
  
- banane, 83
- base, 60
- biomolécule, 24, 25, 96–99
- biuret, 98
- blocage cinétique, 32
- bouillie bordelaise, 39
  
- calorimétrie, 62, 64
- caséine, 98, 99
- catalyse
  - enzymatique, 31
  - homogène, 31
  - hétérogène, 31
- CCM, 84, 85, 91, 92
- chauffage à reflux, 84
- choux rouge, 10
- chromatographie colonne, 30
- cinétique, **30**, 30, 31, **58**, 58, 59
- cobalt, 16
- colonne de Vigreux, 66
- coloration, 90
- colorimétrie, 39
- combustion, 26, 62
- complexation, 16, 17, **55**, 56
- complexes, 15, 55, 69
- conductimétrie, 47
- conductivité corrigée, 48
- constante d'acidité, 42, 45, 46
- constante d'équilibre, 63
- constante de Faraday, 75
- constante de formation, 55
- constante de partage, 59
- corrosion, 32
- corrosion humide, 79
- couleur, 10, 11, 13, 17, 19, 20, 27, 29, 30, 45, 46, 59, 89, 90
- couleurs, 16
- courbes intensité-potentiel, 75, **77**, 77, 78
- crotonisation, 88
- cuivre, 14, 15, 39, 49, 55, 69, 74
- cétones (test), 22


Dakin, 52  
 Daniell (pile), 74  
 Dean-Stark, 83  
 diagramme binaire, **65**  
     liquide-vapeur, 65, 66  
     solide-liquide, 68  
 diagramme E-pH, **72**, 72  
 diiode, 61  
 dilution, 38  
 dioxyde de carbone, 26  
 dioxygène, 72  
 dissolution, 63  
 distillation, 93  
     fractionnée, 66, 91  
     simple, 66  
 DNPH, 22  
 dosage, 39, 52  
     colorimétrique, 38  
     conductimétrique, 41  
     par titrage, *voir* titrage  
     par étalonnage, 38, 41  
 dureté de l'eau, 56  
 dégradation, 99  
 déplacement d'équilibre, 83  
 désinfectant, 52  
  
 eau, 26  
 eau de javel, 52, 78  
 EDTA, 56  
 électrolyse, 75  
 endothermique, 34  
 enthalpie, 34, 62–64  
 entropie, 63  
 enzyme, 31  
 ester, 83, 84, 87  
 estérification, 83, 84  
 eutectique, 36, 68  
 exothermique, 34  
 extraction, 49, **92**, 92, 99  
     extraction liquide-liquide, 88  
     fer, 49, 51, 79  
     filtrage Buchner, 89, 92  
     flamme (test), 19  
     gaz, 70  
     Gran (graphe méthode), 48  
     halogènes, 11, 20, 54, 91  
     halogénéation, 91  
     horloge chimique, 33  
     huile d'olive, 87  
     huile essentielle, 93  
     hydro-halogénéation, 91  
     hydrodistillation, 93  
     hydrolyse, 97, 98  
     hétéroazéotrope, 93  
  
 indicateur coloré, 42, **44**, 45, 46  
     zones de virage, 44  
 indicateur de fin de réaction, 54  
 indigo, 89, 90  
 invariance du  $pK_a$ , 42  
 ions, 49  
  
 $K_a$ , *voir* constante d'acidité  
 $K_s$ , *voir* produit de solubilité  
  
 lait, 54  
 lipides, 25  
 liqueur de Fehling, 23  
 liquide, 36  
 loi de Vant Hoof (cinétique), 59  
  
 manganèse, 61  
 miroir d'argent, 23  
 miscibilité, 28  
 mélange homogène, 28  
 mélange hétérogène, 28  
 métaux, 49, 79  
 méthode de Bunsen, 52

méthode de Charpentier–Volhard, 54  
 méthode de Gran, 48  
 méthode de Winkler, 72  
 navet, 31  
 neutralisation, 60, 61  
 ninhydrine, 25  
 nitrate d'argent, 14  
 nylon, 94  
 optimisation, 88, 91  
 ovalbumine, 99  
 oxydant, 61  
 oxydoréduction, 11–14, 30, 38, **49**, 51, 52, 55, 58, 59, 74, 75, 79  
 paprika, 92  
 paracétamol, 85  
 peptides, 25  
 permanganate, 38, 51, 96  
 pH, 10, 47  
 photographie, 20  
 pigment, 89, 90, 92  
 pile, 74  
 pile Daniell, 74  
 $pK_a$ , voir constante d'acidité  
 $pK_i$ , voir constante d'acidité  
 $pK_s$ , voir produit de solubilité  
 plomb, 76  
 point isobestique, 42  
 polyacide, 47  
 polymère, **94**, 94  
 polymérisation, 94  
 polypeptides, 24, 25  
 précipitation, 17  
 produit alimentaire, 10, 38, 46, 83, 92, 96–99  
 produit de la santé, 41, 51, 53  
 produit du quotidien, 38, 41, 46, 51, 53, 92, 94  
 produits alimentaires, 54, 87  
 produits de la santé, 38, 84, 85  
 produits du quotidien, 38, 87  
 protéine, 24, 98, 99  
 précipitation, 15, 20, 49, **53**, 53  
 précipitation sélective, 49  
 pureté, 84  
 racémique, 91  
 rendement, 84, 88, 91  
 rendement faradique, 75  
 réactif de Schiff, 23  
 réactif de Tollens, 23  
 réaction oscillante, 33  
 régiosélectivité, 91  
 sapofinication, 87  
 serum physiologique, 41, 53  
 solide, 84  
 solubilisation, 25  
 solubilité, 27, 29, 35, 59, 63  
 solvants, 27  
 soude, 45  
 spectrométrie UV-Visible, 42  
 spectrophotométrie UV-Visible, 42  
 spectrophotométrie UV-visible, 38, 58, 59, 89  
 substitution, 81  
 substitution nucléophile, **81**  
 sucre complexe, 97  
 surtension, 78  
 synthèse, **81**, 81, 83–85, 88, 89, 91  
 synthèse inorganique, 78  
 sécurité, 60, 61  
 sélectivité, 85  
 séparation, 30  
 séparation sélective, 49  
 tableau périodique, 11, 12  
 Température, 69, 70

- température, 35, 59
- test, **17**, 17, 24–26
- test de flamme, 19
- test de Lucas, 21
- test du Biuret, 24
- test ions, 20
- thermochimie, **62**
- thermochromie, 16
- titrage, **37**
  - acido-basique, 45–47
  - colorimétrie, 52
  - colorimétrique, 45, 46, 51, 54, 56, 72
  - conductimétrique, 47, 53
  - en retour, 54, 72
  - oxydoréducteur, 52
  - par complexation, 56
  - par précipitation, 53, 54
  - pH-métrique, 47
  - potentiométrique, 77
  - redox, 51, 72, 77
- titrage en retour, 52
- titrage indirect, 52
- traitement des déchets, 60
- transfert de phase, 29
  
- Van't Hoff, 69, 70
- Vant Hoff (loi de), 59
- vitamine, 96
  
- zinc, 74
  
- échelle de teinte, 38
- électrolyse, 13, 78
- énantiomère, 91
- énergie électrique, 76
- énone, 88
- équilibre, 69
- étalonnage, 38, 39, 41
  - de la soude, 45



## Ressources utiles

- ▷ **Pour faire les étiquettes de produits chimiques :**  
<https://www.etiquette.scienceamusante.net/sgh/index.php>
  - ▷ Pour faire des schémas d'expériences :  
<https://chemix.org/>
  - ▷ Pour dessiner des molécules : <https://marvinjs-demo.chemaxon.com/latest/demo.html>
  - ▷ Pour avoir des infos de sécurité :  
<https://www.inrs.fr/publications/bdd/fichetox.html>
  - ▷ Pour simuler des spectres RMN :  
<https://www.nmrdb.org/>
  - ▷ Pour visualiser des molécules dans l'espace : <https://www.chemtube3d.com/>
-  ELEMENT IMPOSE : visualiser une maille



# I Manipulations illustratives

## I.1 Acide-base

### 🔪 1 Échelle de pH avec une infusion de choux rouge

**Source :** Cachau, *Acide-base*, 3 D.6 (p. 165) ;

**Mots-clefs :** acide-base, pH, choux rouge, couleur, produit alimentaire,

**Produits :**

- ▷ choux rouge
- ▷ acide chlorhydrique  $\text{HCl}$  (0,1 M et  $1.10^{-4}$  M)
- ▷ soude  $\text{NaOH}$  (0,1 M et  $1.10^{-3}$  M)

**Matériel :**

- ▷ 2 béchers assez grands
- ▷ 4 petits béchers
- ▷ 5 tubes à essai
- ▷ tige en verre
- ▷ entonnoir à liquide (en plastique)
- ▷ papier filtre
- ▷ ciseaux
- ▷ bouilloire
- ▷ plaque chauffante

**Protocole ● En préparation**

- ▷ Couper la feuille de choux en lamelles fines au fond d'un bécher
- ▷ Recouvrir d'eau chaude
- ▷ Faire chauffer à feu doux pendant environ 10 min pour faire infuser (ne pas faire bouillir)
- ▷ Filtrer dans le deuxième bécher
- ▷ Verser dans les tubes à essai environ 5 mL de solution :
  - tube 1 : Acide à 1 M
  - tube 2 : Acide à  $1.10^{-4}$  M
  - tube 3 : Eau
  - tube 4 : Base à  $1.10^{-3}$  M
  - tube 5 : Base à 1 M
- ▷ Ajouter quelques goutte de l'infusion de choux rouge

**Protocole ● Pendant la leçon**

- ▷ Admirez le couleurs

## I.2 Oxydoréduction

### ⚠ 2 Comparaison des propriétés redox des halogènes

**Source :** Cachau, *Redox*, 3 C.3 (p. 146) ; Fosset, *Chimie tout-en-un PCSI*, 2014, pp. 132–333 ;

**Mots-clefs :** tableau périodique, oxydoréduction, halogènes, couleur,

#### **Produits :**

- ▷ chlorure de potassium  $KCl$  (0.1 M)
- ▷ bromure de potassium  $KBr$  (0.1 M)
- ▷ iodure de potassium  $KI$  (0.1 M)
- ▷ eau de chlore (concentrée, fraîche)
- ▷ solvant organique (cyclohexane, heptane ou à défaut pentane, hexane)
- ▷ thiosulfate de sodium  $Na_2S_2O_4$  (1 M)

#### **Matériel :**

- ▷ 6 petits béchers (100 mL)
- ▷ 1 gros bécher (300 mL)
- ▷ 2 gros tubes à essai
- ▷ bouchons adaptés aux tubes
- ▷ pipettes Pasteur

#### **Protocole • En préparation**

- ▷ Dans le gros tube à essai, sous hotte, mettre environ 1/3 de solvant organique et 1/6 d'eau de chlore (1/2 tube en tout)
- ▷ Agiter 2-3 fois avec le bouchon, dégazer régulièrement
- ▷ Le solvant organique prend une légère couleur jaune-vert ( $Cl_2$ )

#### **Protocole • Pendant la leçon**

- ▷ Toujours sous hotte, verser successivement à la pipette Pasteur, en agitant avec bouchon et dégazant régulièrement :
  - ▷  $KBr \Rightarrow$  phase organique orange ( $Br_2$ )
  - ▷  $KI \Rightarrow$  phase organique rose ( $I_2$ )

#### **Protocole • Traitement des déchets**

- ▷ Traiter les dihalogénures formés (très oxydants) au thiosulfate dans le gros bécher poubelle avant de jeter le tout

#### **Remarques**

Pouvoir oxydant des halogènes :  $Cl < Br < I$ .

⚠ Attention : les gaz sont toxiques...

### 🧪 3 Propriétés acidobasiques et redox des alcalins et des alcalino-terreux

**Source :** Fosset, *Chimie tout-en-un PCSI*, 2014, p. 126 ;

**Mots-clefs :** tableau périodique, alcalins, alcalino-terreux, oxydoréduction, acide-base,

#### **Produits :**

- ▷ phénolphtaléine (ou substitut)
- ▷ lithium élémentaire  $\text{Li}_{(s)}$
- ▷ chaux vive  $\text{CaO}_{(s)}$
- ▷ acide chlorhydrique  $\text{HCl}$  (0.1 M)
- ▷ soude  $\text{NaOH}$  (0.1 M)

#### **Matériel :**

- ▷ grand cristalliseur
- ▷ spatule et pinces
- ▷ scalpel ou couteau
- ▷ boîte de pétri avec papier buvard
- ▷ 3 tubes à essai avec bouchon
- ▷ papier absorbant

#### **Protocole • En préparation**

- ▷ *Première manipulation : lithium dans l'eau*

Remplir le cristalliseur d'eau et de quelques gouttes de phénolphtaléine

- ▷ *Seconde manipulation : chaux dans l'eau*

Préparer 3 tubes :  $\text{HCl}$ , eau,  $\text{NaOH}$

#### **Protocole • Pendant la leçon**

- ▷ *Première manipulation : lithium dans l'eau*

Après avoir bien séché les instruments avec un papier absorbant

Couper un petit bout de  $\text{Li}$  dans le pot avec le scalpel

Le récupérer avec la pince

Le mettre dans le petri pour absorber l'huile minérale

Mettre dans l'eau : ça devient rose

- ▷ *Seconde manipulation : chaux dans l'eau*

Mettre quelques gouttes de phénolphtaléine dans chaque tube

$\text{NaOH}$  devient rose

Mettre  $\text{CaO}$  dans le tube avec l'eau  $\Rightarrow$  il devient rose

#### **Remarques**

Les alcalins / alcalino-terreux sont basiques, pouf dans l'eau

Pour les têtes brûlées : <https://youtu.be/uixxJtJPVXk?t=63>

## 🧪 4 Le caméléon oxydoréducteur

**Source :** Bermudez et al. ;

**Mots-clefs :** couleur, oxydoréduction,

**Produits :**

- ▷ permanganate de potassium concentré
- ▷ soude concentrée NaOH (2 M)
- ▷ glucose solide
- ▷ oxalate de sodium (concentré)

**Matériel :**

- ▷ un erlenmeyer de 250 mL
- ▷ une grande spatule
- ▷ une pipette pasteur

### Protocole

- ▷ introduire 10 mL de soude et compléter à 100 mL d'eau distillée
- ▷ ajouter quelques goutte de permanganate de sorte que ce soit encore limpide
- ▷ ajouter 1 grosse spatule de glucose

### Protocole ● Traitement des déchets

- ▷ neutralisation du permanganate avec des ions oxalate

### Remarques

On observe les différents états d'oxydation du manganèse : permanganate  $\text{MnO}_4^-$  (VII, violet), manganate  $\text{MnO}_4^-$  (VI, vert), hypomanganate  $\text{MnO}_4^{2-}$  (V, bleu), dioxyde de manganèse  $\text{MnO}_2$  (IV, noir), ions manganèse  $\text{Mn}^{2+}$  (II, jaune)

## 🧪 5 Électrolyse d'une solution de sulfate de sodium : le papillon bleu

**Source :** Cachau, *Redox*, 3 C.20 (pp.202–203) ;

**Mots-clefs :** oxydoréduction, électrolyse, couleur,

**Produits :**

- ▷ solution de sulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{SO}_4^{2-}$ ) à 0.2 M
- ▷ bleu de bromothymol
- ▷ acide sulfurique à env. 0.01 M
- ▷ soude à env. 0.01 M

**Matériel :**

- ▷ boîte de Pétri
- ▷ deux électrode de platine
- ▷ générateur à courant continu
- ▷ 2 pipettes pasteur

### Protocole ● En préparation

- ▷ dans un bécher, verser la solution de sulfate de sodium et quelques gouttes de BBT

- ▷ la solution doit être verte, si ce n'est pas le cas, ajuster avec quelques gouttes d'acide ou de base
- ▷ verser dans la boîte de Pétri, ne pas hésiter à en mettre une bonne hauteur pour bien voir les couleurs

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ placer les électrodes de part et d'autre de la boîte de pétri
- ▷ allumer le générateur avec une tension de quelques volts
- ▷ observer le changement de couleur (jaune à l'anode où les ions  $H^+$  sont consommés et bleu à la cathode où ils sont formés)
- ▷ À la fin, on peut mélanger la solution qui redevient verte

### Remarques

Ici on effectue en réalité une électrolyse de l'eau, le sulfate de sodium servant à augmenter la conductivité de la solution

## 🔪 6 Arbre de Diane

**Source :** Nathan, *Physique-Chimie 1<sup>ère</sup> spé*, 2019, chapitre 2 (p.44 – protocole), chapitre 3 (p.66 – jolie illustration) ;

**Mots-clefs :** oxydoréduction, cuivre, argent, nitrate d'argent, arbre de diane,

### Produits :

- ▷ solution de nitrate d'argent à 0.05 M
- ▷ fil de cuivre

### Matériel :

- ▷ 2 gros tubes à essai + bouchons troués (pour mettre le fil dedans)

### Protocole ● En préparation

- ▷ verser le nitrate d'argent dans les tubes à essai
- ▷ en avance, plonger déjà un fil de cuivre dans l'un des deux (pour pouvoir présenter le résultat rapidement)

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ plonger le fil de cuivre dans le deuxième tube à essai

### Remarques

- ▷ Il faudrait voir s'il est intéressant de tester la présence d'ion argent (en ajoutant quelques gouttes de KCl concentré) dans la solution après un certain temps pour discuter si la réaction est totale ou non.
- ▷ Il existe des variations avec d'autres espèces : l'arbre de Saturne, arbre de Jupiter...

## I.3 Précipitation et complexation

### 7 Autour de l'ion cuivre (II)

**Source :** Mesplède, *100 manipulations de chimie*, M66 (p.182–183) ;

**Mots-clefs :** cuivre, complexes, précipitation,

**Produits :**

- ▷ solution de sulfate de cuivre à 0.01 M
- ▷ acide chlorhydrique commerciale diluée 2 fois
- ▷ solution d'ammoniac commerciale diluée 2 fois
- ▷ pyridine (solution pure)

**Matériel :**

- ▷ béchers de 100 mL (5 ou 6)
- ▷ pipettes pasteur en plastique
- ▷ pipette pasteur en verre
- ⊗ éprouvette de 10 mL

**Protocole ● En préparation**

- ▷ Manipulation sous hotte
- ▷ préparer des béchers avec les différentes solutions
- ▷ Tester le protocole (cf. en-dessous) pour s'assurer que ça marche avec les solutions qu'on a

**Protocole ● Pendant la leçon**

- ▷ Manipulation sous hotte
- ▷ verser 10 mL (à l'éprouvette) de la solution de sulfate de cuivre dans un bécher
- ▷ ajouter goutte à goutte l'acide chlorhydrique : on observe normalement un changement progressif du bleu vers le vert
- ▷ ajouter goutte à goutte l'ammoniac : on observe un retour vers la couleur bleu pâle, puis un précipité bleu foncé qui disparaît à la goutte suivante
- ▷ ajouter goutte à goutte la pyridine (pipette pasteur en verre) : on observe une coloration bleu violacée

**Remarques**

- ▷ Nous n'avions pas dilué deux fois les solutions commerciale donc on avait des solutions un peu trop concentrées
- ▷ Pour la réaction avec l'ammoniac, on était reparti du coup de la solution de sulfate de cuivre
- ▷ Nous la pyridine ça n'avait pas donné un résultat très probant à voir en ayant dilué les solutions commerciale avant

## 🔥 8 Thermochromie des sels de cobalt

**Source :** Fosset, *Chimie Physique*, §4.2.11 (p. 207) ;

**Mots-clefs :** thermochromie, couleurs, complexation, cobalt,

**Produits :**

- ▷ chlorure de cobalt (II)  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}_{(\text{s})}$
- ▷ acétone
- ▷ acide chlorhydrique  $\text{HCl}$  (concentré)

**Matériel :**

- ▷ bain d'eau glacée
- ▷ bain d'eau bouillante
- ▷ 2 éprouvettes 50 mL
- ▷ 1 erlen 100 mL
- ▷ 3 tubes à essai

**Protocole ● En préparation**

- ▷ dans l'erlen, introduire 10 mL d'eau, 40 mL d'acétone et 1.19 g de  $\text{CoCl}_2$
- ▷ répartir la solution violette obtenue dans 3 tubes

**Protocole ● Pendant la leçon**

- ▷ mettre deux tubes dans les bains d'eau bouillante et glacée
- ▷ la solution froide est rose ( $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ , octaédrique), la chaude est bleue ( $[\text{CoCl}_4]^{2-}$ , tétraédrique)
- ▷ ajouter dans le tube froid  $\text{HCl}$  : ça devient bleu

**Remarques**

Cela montre  $\Delta_o(\text{H}_2\text{O}) > \Delta_t(\text{Cl}^-)$



## I.4 Tests de caractérisation

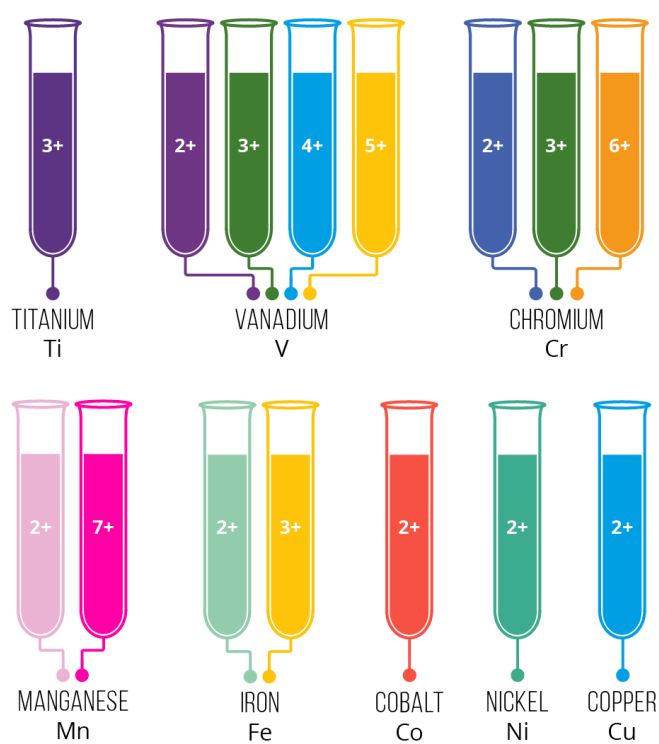
### 9 Tests colorés de présence de cations métalliques

**Source :** Cachau, *Acide-base*, 3 C.12 (p. 124) ;

**Mots-clefs :** test, précipitation, couleur, complexation,

#### 1. Identification qualitative à la couleur

**Source :** Compoundchem : <https://www.compoundchem.com/2014/03/05/colours-of-transition-metal-ions-in-aqueous-solution/> ;



## 2. Précipitation sous forme d'hydroxydes

**Source :** Compoundchem : <https://www.compoundchem.com/2014/03/19/testing-for-cations-sodium-hydroxide-ammonia-precipitates/> ;

**Produits :**

- ▷ soude NaOH (0.1 M)
- ▷ tampon ammoniacal  $\text{NH}_3$  (0.1 M)

**Matériel :**

- ▷ tube à essai

### Protocole

- ▷ verser la solution test dans 4 tubes à essai puis ajouter :
  1. quelques gouttes de NaOH
  2. quelques mL de NaOH
  3. quelques gouttes de tampon amoniacal
  4. quelques mL de tampon amonialcal
- ▷ identifier :

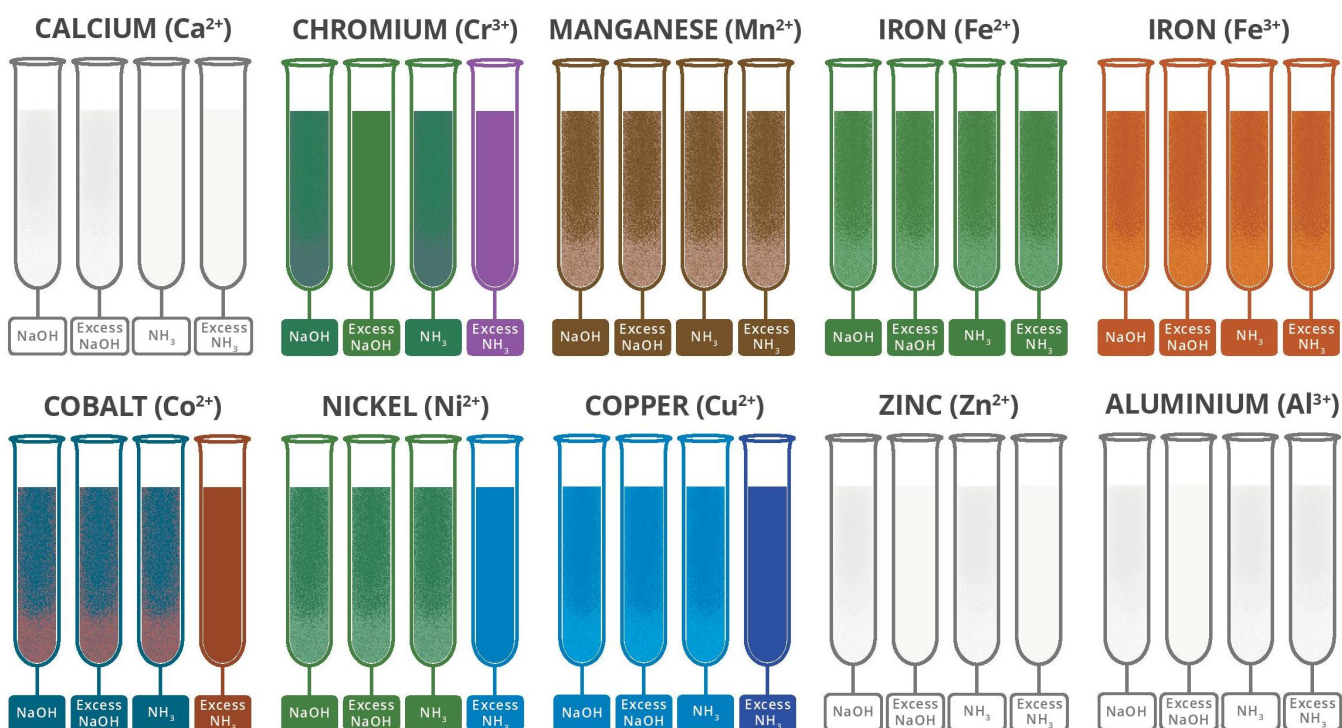


Tableau de synthèse :

**Source :** Cachau, *Acide-base*, 3 C.12 (p. 126) ;

## 3. Autres

**Source :** Le Maréchal, *Chimie Générale*, §3.1 (p.35) ;  $\text{Ca}^{2+}$ /oxalate, EDTA ; Mesplède, *100 manipulations de chimie*, M1 (p.60) ;

## 10 Tests de flamme

**Source :** Cachau, *Acide-base*, 3 C.12 (p. 124) ; Compoundchem : <https://www.compoundchem.com/2014/02/06/metal-ion-flame-test-colours-chart/> ;

**Mots-clefs :** test de flamme, flamme (test), couleur,

### Produits :

▷ solution à tester

### Matériel :

▷ fil de platine  
▷ bec bunsen  
▷ pince en bois

## Protocole

- ▷ Rincer le fil de platine à l'eau distillée puis le tremper dans la solution test.
- ▷ Passer le fil devant la flamme. Identifier :



## 🔪 11 Tests caractéristiques de présence d'anions en chimie minérale

**Source :** Le Maréchal, *Chimie Générale*, §3.1 (p.35) ;

**Mots-clefs :** couleur, test ions, précipitation, halogènes,

### Test à l'eau de chaux ( $\text{CO}_2$ , $\text{CO}_3^{2-}$ )

<b>Produits :</b> ▷ eau de chaux $\text{Ca}(\text{OH})_2$	<b>Matériel :</b> ▷ tube à essai ▷ papier pH
--	--

Dans un tube à essai, ajouter 1mL d'eau de chaux à la solution test.

Précipité blanc  $\text{CaCO}_3 \Rightarrow \text{CO}_2$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$

⚠ Attention : bien prendre le pH avant sinon  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  précipite et le test est faussé !

### Test des ions sulfate ( $\text{SO}_4^{2-}$ )

<b>Produits :</b> ▷ acide chlorhydrique $\text{HCl}$ (6 M) ▷ chlorure de barium $\text{BaCl}_2$ (10 %)	<b>Matériel :</b> ▷ tube à essai ▷ baguette en verre
--	--

Dans un tube à essai, ajouter 1mL de solution test et quelques gouttes d'acide.

Porter à ébullition et agiter à la baguette. Ajouter quelques gouttes de barium.

Précipité blanc  $\text{BaSO}_4 \Rightarrow (\text{SO}_4^{2-})$

⚠ Attention : bien acidifier avant sinon c'est  $\text{BaCO}_3$  qui précipite !

### Test des ions halogénure ( $\text{X}^- \equiv \text{Br}^-, \text{Cl}^-, \text{I}^-$ )

<b>Mots-clefs :</b> photographie,	
<b>Produits :</b> ▷ acide nitrique $\text{HNO}_3$ (5 M) ▷ nitrate d'argent $\text{AgNO}_3$ (10 %)	<b>Matériel :</b> ▷ tube à essai ▷ baguette en verre

Dans un tube à essai, ajouter 1mL de solution test et quelques gouttes d'acide.

Porter à ébullition et agiter à la baguette. Ajouter 5-10 gouttes de nitrate d'argent.

Précipité blanc  $\text{AgX} \Rightarrow \text{X}^-$

⚠ Attention : bien acidifier avant sinon c'est  $\text{Ag}_2\text{CO}_3$  qui précipite !

### Remarques

La précipitation des halogénures d'argent est le principe de fonctionnement des appareils argentiques.

## 🔪 12 Test des alcools (Lucas)

**Source :** Daumarie, *Florilège de chimie pratique*, §II.13 (p. 64) ;

**Mots-clefs :** alcools (test), test de Lucas,

### **Produits :**

- ▷ acide chlorydrique  $\text{HCl}$  (37%)
- ▷ chlorure de zinc (II) anhydre  $\text{ZnCl}_{2(s)}$
- ▷ glace
- ▷ alcools à tester : ( $C < 6$ )
  - butan-1-ol, butan-2-ol
  - 2-méthylpropan-2-ol

### **Matériel :**

- ▷ 1 bécher 100 mL
- ▷ 6 tubes à essai
- ▷ 6 pipettes Pasteur
- ▷ 1 pipette jaugée 10 mL
- ▷ 1 pipette jaugée 2 mL
- ▷ 1 cristalliseur de glace
- ▷ agitateur magnétique + barreau

### **Protocole** ● En préparation

- ▷ dans la glace, refroidir 10 mL d' $\text{HCl}$  dans un bécher
- ▷ sous agitation, y ajouter  $\text{ZnCl}_2$
- ▷ préparer 3 tubes à essai froids de 2 mL de ce réactif
- ▷ préparer 3 autres tubes contenant les alcools

### **Protocole** ● Pendant la leçon

- ▷ ajouter 4 gouttes des alcools à tester
- ▷ les alcools primaires sont limpides
- ▷ les alcools secondaires se troublent un peu
- ▷ les alcools tertiaires se dissocient en deux phases

### 🔪 13 Test des carbonyles à la 2,4-DNPH

**Source :** Daumarie, *Florilège de chimie pratique*, §II.14 (p. 66) ;

**Mots-clefs :** aldéhydes (test), cétones (test), DNPH,

**Produits :**

- ▷ 2,4-DNPH
- ▷ éthanol
- ▷ acide sulfurique  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (98%)
- ▷ réactifs à tester :
  - actéone, benzaldéhyde
  - butan-1-ol

**Matériel :**

- ▷ 1 éprouvette de 100 mL
- ▷ 2 béchers de 100 mL
- ▷ 1 erlenmeyer de 125 mL
- ▷ 1 entonnoir + 1 filtre
- ▷ 3 tubes à essai
- ▷ agitateur magnétique + barreau
- ▷ sabot + spatule + balance

**Protocole ● En préparation**

- ▷ dans l'erlenmeyer, dissoudre 3g de DNPH dans 15 mL d'acide sulfurique, agiter
- ▷ ajouter 20 mL d'eau et 70 mL d'éthanol, laisser agiter
- ▷ filtrer le mélange et mettre 1 mL dans chaque tube

**Protocole ● Pendant la leçon**

- ▷ mettre une goutte par tube d'acétone, de benzaldéhyde et de butan-1-ol
- ▷ on observe un précipité orange pour l'acétone et le benzaldéhyde

## 14 Tests spécifiques des aldéhydes

**Source :** Blanchard, *Chimie organique*, §I.III.2.2 (p.51) ; Nathan, *Physique-Chimie 1<sup>ère</sup> ST2S spé*, 2019, ch. 13 (p. 182) ;

**Mots-clefs :** aldéhydes (test), réactif de Tollens, réactif de Schiff, liqueur de Fehling, miroir d'argent,

Produits :	Matériel :
<ul style="list-style-type: none"> <li>▷ liqueur de Fehling                             <ul style="list-style-type: none"> <li>S1 – <math>\text{CuSO}_4</math></li> <li>S2 – sel de Seignette (tartrate + soude)</li> </ul> </li> <li>▷ réactif de Tollens                             <ul style="list-style-type: none"> <li>S1 – nitrate d'argent</li> <li>S2 – tampon ammoniacal</li> </ul> </li> <li>▷ réactif de Schiff                             <ul style="list-style-type: none"> <li>S1 – fuschia acide</li> <li>S2 – bisulfite de sodium</li> </ul> </li> <li>▷ aldéhydes à tester                             <ul style="list-style-type: none"> <li>glucose (aldéhyde)</li> <li>fructose (cétone)</li> </ul> </li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▷ béchers</li> <li>▷ éprouvettes graduées</li> <li>▷ tubes à essai</li> </ul>

### Protocole ● En préparation

- ▷ mélanger les solutions S1 et S2 (au plus quelques heures avant de faire le test)

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ mettre quelques gouttes du test dans un tube à essai contenant la solution test
- ▷ (*pour Tollens et Fehling*) mettre au bain-marie (40 °C). Identifier :

	Couleur de base	Résultat positif (aldéhyde)	Résultat négatif (pas d'aldéhyde)
Liqueur de Fehling	Bleu foncé	Précipité rouge brique	Reste bleu foncé
Réactif de Tollens	Incolore	Miroir d'argent	Reste incolore
Réactif de Schiff	Incolore	Rose	Incolore

### Remarques

**⚠** Attention : le fructose réagit avec la liqueur de Fehling, car en milieu basique et en chauffant il peut se reconfigurer en glucose

## 15 Tests d'identification des protéines (Biuret)

**Source :** Terrien, *Chimie du petit déjeuner*, p. 64–65 ; Blanchard, *Chimie organique*, §II (p. 339) ;

**Mots-clefs :** test, test du Biuret, protéine, polypeptides, biomolécule,

### Produits :

- ▷ protéines hydrolysées
- ▷ solution de soude NaOH à 3 mol/L
- ▷ solution de sulfate de cuivre  $\text{CuSO}_4$  à 0,15 mol/L
- ▷ alternativement : liqueur de Fehling
  - S1 –  $\text{CuSO}_4$
  - S2 – sel de Seignette (tartrate + soude)

### Matériel :

- ▷ béchers
- ▷ éprouvettes graduées
- ▷ tubes à essai

### Protocole ● En préparation

- ▷ dans un premier tube à essai, introduire 5 gouttes d'hydrolysate et 10 gouttes de soude
- ▷ vérifier que le mélange est basique, rajouter de la soude si besoin
- ▷ dans un second tube à essai, ajouter de la caséine dissoute dans de l'eau distillée

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ ajouter 5 gouttes de sulfate de cuivre dans le tube à essai 1 et 2

	Couleur de base	Résultat positif (liaison peptidique)	Résultat négatif (pas de liaison)
Biuret	Incolore	Rose-violet	Bleu

### Remarques

Marche bien si on vérifie bien la basicité du tube à essai. On peut utiliser de la liqueur de Fehling pour remplacer la solution de sulfate de cuivre.

L'avantage est qu'on peut ainsi mettre directement quelques gouttes du test



## 🧪 16 Test d'identification des peptides / amines (ninhydrine)

**Source :** Tarik ;

**Mots-clefs :** ninhydrine, test, peptides, polypeptides, acide aminé, biomolécule,

**Produits :**

- ▷ ninhydrine  $C_9H_6O_4$
- ▷ biomolécules de test  
glycine, albumine, caséine...

**Matériel :**

- ▷ tubes à essais
- ▷ béchers

**Protocole ● En préparation**

- ▷ ⚠ Attention : sous hotte
- ▷ dissoudre les protéines dans de l'eau et en introduire  $\sim 1$  mL dans les tubes à essai

**Protocole ● Pendant la leçon**

- ▷ ⚠ Attention : sous hotte
- ▷ vaporiser quelques gouttes de ninhydrine  $\Rightarrow$  solution devient noire en présence de liaison peptidique

**Protocole ● Traitement des déchets**

▷

## Remarques

## 🧪 17 Test d'identification des lipides (Sudan III)

**Source :** — ;

**Mots-clefs :** lipides, solubilisation,

**Produits :**

- ▷ Sudan III (solide ou dilué dans l'acétone ou l'éthanol)
- ▷ Huile
- ▷ Eau
- ▷ Produit à tester

**Matériel :**

- ▷ Tubes à essai

**Protocole ● En préparation**

- ▷ Préparer les tubes à essai témoin

**Protocole ●** Pendant la leçon

- ▷ Faire le test : Ajouter au produit à tester quelques spatules de solide ou bien quelques gouttes de solution de Sudan III dilué dans l'acétone ou l'éthanol.

**Protocole ●** Traitement des déchets

- ▷ Le Sudan III n'est pas toxique (mais éviter le contact avec la peau / les yeux).

	Couleur de base	Résultat positif (présence de lipides)	Résultat négatif (pas de lipides)
Produit à tester	Incolore	Rouge	Incolore (solide rouge en suspension)

**Remarques**

Marche bien... Si on en met suffisamment pour bien colorer toute la solution ! Ne pas hésiter à mettre la dose (format généreux 18 kg).

## 18 Identification des gaz de combustion

**Source :** adaptation de ; Le Maréchal, *Chimie Générale*, pp.254-257 ;

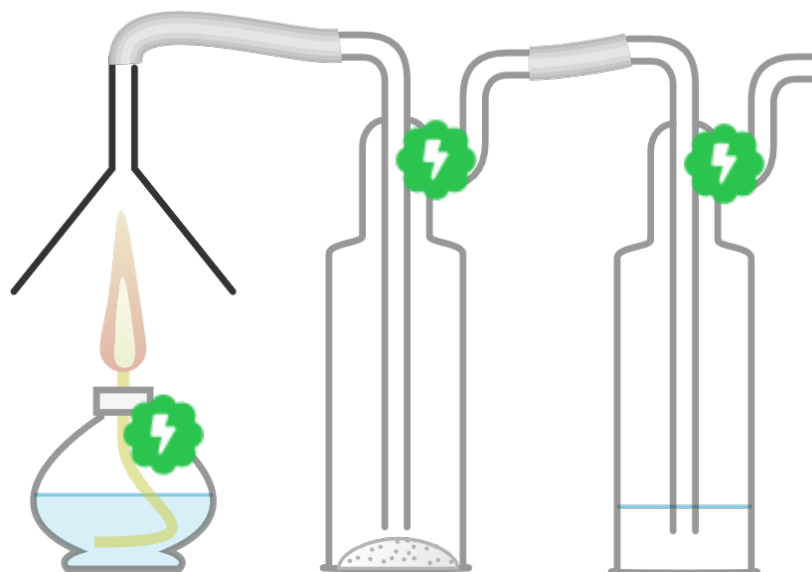
**Mots-clefs :** combustion, dioxyde de carbone, eau, test,

**Produits :**

- ▷ éthanol
- ▷ eau de chaux  $\text{Ca}(\text{OH})_{2(\text{aq})}$
- ▷ sulfate de cuivre anhydre  $\text{CuSO}_{4(\text{s})}$

**Matériel :**

- ▷ lampe à éthanol + allumettes
- ▷ support
- ▷ balance
- ▷ pince en bois
- ▷ entonnoir
- ▷ 2 flacons laveurs + tubes à gaz



### Protocole ● En préparation

- ▷ placer au dessus de la lampe un entonnoir relié par un tube à gaz à un flacon laveur dans lequel il y a du sulfate de cuivre
- ▷ relier le flacon laveur à un autre flacon laveur rempli d'eau de chaux

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ allumer la lampe
- ▷ le sulfate de cuivre devient bleu  $\Rightarrow \text{H}_2\text{O}$
- ▷ l'eau de chaux se trouble  $\Rightarrow \text{CO}_2$

## I.5 Solvants et solutés

### 🔪 19 Un cocktail chimique coloré

**Source :** Nathan, *Physique-Chimie 1<sup>ère</sup> spé*, 2019, p.114 ;

**Mots-clefs :** couleur, solubilité, solvants,

#### Produits :

- ▷ dichlorométhane  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$
- ▷ acétate d'éthyle
- ▷ iode  $\text{I}_{2(s)} \Rightarrow$  Sous hotte!!
- ▷ sulfate de cuivre  $\text{CuSO}_{4(s)}$
- ▷ thiosulfate de sodium  $\text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$  (1 M)

#### Matériel :

- ▷ 3 béchers
- ▷ 1 éprouvette de 100mL
- ▷ 2 spatules
- ▷ 2 coupelles

**Protocole • En préparation**

- ▷ Verser dans éprouvette environ 15-20 mL de chaque solvant : dichlorométhane, eau et acétate d'éthyle

**Protocole • Pendant la leçon**

- ▷ Ajouter doucement le sulfate de cuivre, remuer avec la spatule : le sulfate de cuivre se solubilise uniquement dans la phase aqueuse
- ▷ Ajouter quelques cristaux d'iode, remuer avec la spatule : le diiode se solubilise uniquement dans les phases organiques
- ▷ Admirer le beau cocktail! (mais éviter de le boire xP )

**Protocole • Traitement des déchets**

- ▷ Traiter le diiode au thiosulfate dans le gros béccher poubelle avant de jeter le tout

**Remarques**

- ▷ Petite touche de Yum : on ajoute une solution avec des ions iodure ce qui permet de solubiliser le diiode dans la phase aqueuse (attention avec une solution de KI ça fait des trucs chelous!)
- ▷ On peut faire les deux dissolutions dans deux éprouvettes différentes

**🔪 20 Illustration de la différence mélange homogène/hétérogène**

<b>Mots-clefs :</b> miscibilité, mélange homogène, mélange hétérogène,	
<b>Produits :</b> <ul style="list-style-type: none"><li>▷ huile</li><li>▷ sirop</li><li>▷ eau distillée</li></ul>	<b>Matériel :</b> <ul style="list-style-type: none"><li>▷ 2 tubes à essai</li><li>▷ bouchons pour les tubes</li></ul>

**Protocole • En préparation**

- ▷ verser l'huile et le sirop dans les tubes à essai

**Protocole • Pendant la leçon**

- ▷ ajouter de l'eau dans les deux tubes
- ▷ agiter vigoureusement

## 🔪 21 Transfert de phase du permanganate de potassium

**Source :** Fosset, *Chimie Physique*, §7.2.2 (p. 376) ;

**Mots-clefs :** transfert de phase, couleur, solubilité,

### Produits :

- ▷ chlorure de tétrabutylamonium (TBACl)
- ▷ permanganate de potassium  $\text{KMnO}_4$  ( $10^{-2}$  M)
- ▷ toluène
- ▷ chlorure de sodium  $\text{NaCl}_{(s)}$
- ▷ oxalate de sodium (concentré)

### Matériel :

- ▷ erlenmeyer 100 mL
- ▷ bouchon
- ▷ sabot + spatule + balance
- ▷ bécher 100 mL

### Protocole ● Rapide illustratif

- ▷ dans un grand erlenmeyer mettre 20 mL de la solution de  $\text{KMnO}_4$  et 20 mL de toluène
- ▷ secouer  $\Rightarrow$  rien ne se passe
- ▷ ajouter du TBACl ( $\sim 5$  g) et 25g de chlorure de sodium
- ▷ secouer  $\Rightarrow$  la phase organique devient rose

### Variante quantitative

cf. biblio

### Protocole ● Traitement des déchets

- ▷ neutralisation du permanganate avec des ions oxalate

### Remarques

Le TBACl joue le rôle d'agent de transfert de phase : c'est un tensioactif qui fait passer les ions permanganate en phase organique

## 🧪 22 Séparation d'un mélange de colorants dans un sirop de menthe

**Source :** Bernard, *Technique expérimentale*, §26, p. 149 ;

**Mots-clefs :** chromatographie colonne, couleur, séparation,

**Produits :**

- ▷ mélange de colorants bleu / jaune
- ▷ éthanol
- ▷ chlorure de sodium  $\text{NaCl}_{(s)}$
- ▷ silice solide
- ▷ sable Fontainebleau
- ▷ plaques CCM

**Matériel :**

- ▷ cuve chromato + couvercle
- ▷ colonne de chromatographie
- ▷ capillaires
- ▷ pipette Pasteur en verre

### Protocole ● Préparation des éluants

- ▷ Éluant 1 (pour le jaune) : 90% d'eau salée + 10% d'éthanol
- ▷ Éluant 2 (pour le vert) : 50% d'eau salée + 50% d'éthanol

### Protocole

- ▷ Faire la colonne avec de l'eau légèrement salée : cf. biblio
- ▷ Faire passer le colorant 1 puis changer d'éluant pour de l'éthanol

### Remarques

Variante dans une pipette Pasteur en verre pour la mettre au niveau STL

## I.6 Cinétique

Voir aussi 🧪 4

## 🧪 23 Influence de la concentration sur la cinétique

**Source :** Mesplède, *100 manipulations de chimie*, M79 (pp. 199–203) ;

**Mots-clefs :** cinétique, couleur, oxydoréduction,

**Produits :**

- ▷ iodure de potassium KI (1 M)
- ▷ peroxodisulfate de sodium  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$  ( $10^{-3}$  M)

**Matériel :**

- ▷ tubes à essai + bouchon
- ▷ 2 béchers 100 mL pour les solutions
- ▷ fiole jaugée de 10 mL
- ▷ pipette jaugée de 5 mL
- ▷ 2 éprouvettes de 10 mL

### Protocole ● En préparation

- ▷ diluer deux fois la solution de peroxodisulfate
- ▷ dans deux tubes à essai verser quelques mL de solution d'iodure de potassium (même quantité dans les deux)
- ▷ préparer dans les deux éprouvettes :
  - 2 mL de la solution de peroxodisulfate non-diluée
  - 4 mL de la solution diluée

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ verser le contenu des éprouvettes dans les tubes à essai
- ▷ boucher et agiter
- ▷ présenter les tubes à essai devant un fond blanc  $\Rightarrow$  une coloration jaune apparaît mais à une vitesse différente dans les deux tubes

### Protocole ● Traitement des déchets

- ▷ La coloration jaune est dû à la formation de diiode. Celui-ci peut être neutralisé par ajout de thiosulfate

### Remarques

Pour cette manip, il n'est pas essentiel de mettre des gants (le seul produit dangereux étant le diiode produit par la réaction (qui met un certain temps). Il faudrait cependant en mettre si on manipule les tubes ensuite une fois que la réaction est terminée.

## 24 Illustration de quelques types de catalyse

**Source :** contribution collective ;

**Mots-clefs :** cinétique, enzyme, navet, catalyse enzymatique, catalyse hétérogène, catalyse homogène,

#### **Produits :**

- ▷ racine de navet
- ▷ eau oxygénée  $H_2O_2$
- ▷ solution contenant  $Fe^{3+}$  ex : alun ferrique
- ▷ plaque ou fil de platine

#### **Matériel :**

- ▷ 4 tubes à essai
- ▷ petite pincette
- ▷ couteau
- ▷ mortier + pilon
- ▷ filtre plissé + erlen
- ▷ bécher

### Protocole ● En préparation

- ▷ couper finement et broyer le navet au mortier + pilon

- ▷ le mettre dans de l'eau distillée et agiter
- ▷ filtrer le mélange obtenu et récupérer le filtrat
- ▷ verser de l'eau oxygénée dans chaque tube

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ tube 1 : témoin  $\Rightarrow$  ça ne bulle pas
- ▷ tube 2 : verser quelques gouttes de fer (III)  $\Rightarrow$  des bulles apparaissent (cinétique homogène)
- ▷ tube 3 : placer le platine  $\Rightarrow$  des bulles apparaissent (cinétique hétérogène)
- ▷ tube 4 : verser la préparation de navet  $\Rightarrow$  des bulles apparaissent (cinétique enzymatique)

### Remarques

Simple et efficace, mais reste difficile à rendre quantitative (le test de la flamme avec le gaz obtenu est pas pratique).

## 🔪 25 Corrosion différentielle - Blocage cinétique

**Source :** Riri :) p-e dans le cachau redox ? ;

**Mots-clefs :** corrosion, blocage cinétique,

### Produits :

- ▷ électrode de plomb
- ▷ acide concentré (on peut prendre 0.5, 1 et 2 mol/L pour montrer que ça n'influence pas, mais pas besoin)
- ▷ fil, plaque ou électrode de platine

### Matériel :

- ▷ 1 bécher

### Protocole ● Pendant la leçon

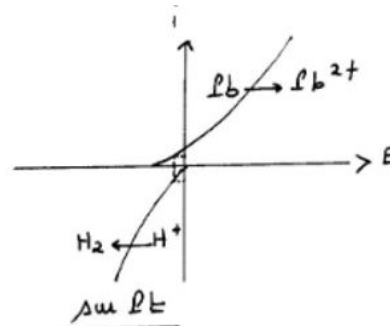
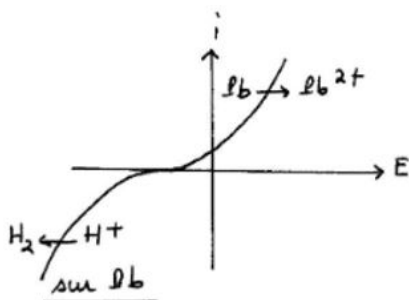
- ▷ Remplir le bécher d'acide
- ▷ tremper le plomb dedans : rien ne se passe
- ▷ accoler le fil de platine à la plaque de plomb : apparition de bulles

### Remarques :

- ▷ La réaction qui a lieu est la suivante :  $\text{Pb}_{(s)} + \text{H}_3\text{O}_{(aq)}^+ = \text{Pb}_{(aq)}^{2+} + \text{H}_{2(g)} + \text{H}_2\text{O}_{(l)}$
- ▷  $E(\text{Pb}^{2+}/\text{Pb}) = -0.31\text{V}$  et  $E(\text{H}^+/\text{H}_2) > -0.06\text{V}$  quelle que soit la concentration de la solution : avec le moyen mnémotechnique du gamma d'un point de vue thermodynamique, la réaction devrait avoir lieu.
- ▷ il y a donc blocage cinétique



- ▷ en approchant le platine, la surtension cathodique du système  $H^+/H_2$  diminue : sur Pt elle est quasi nulle, sur Pb elle vaut au moins -0.3V
- ▷ expérience qualitative qui montre les problèmes qu'on peut rencontrer quand on met en contact deux métaux de natures différentes (ex. : canalisations à deux métaux)



## ⚠ 26 Horloge chimique de Briggs–Rauscher

**Source :** *Comment faire un spectacle de chimie ?*, pp.30–33 ;

**Mots-clefs :** réaction oscillante, horloge chimique,

### Produits :

- ▷ Peroxyde d'hydrogène à 30 % ou eau oxygénée à 110 volumes
- ▷ Iodate de potassium  $KIO_3$
- ▷ Acide sulfurique concentré à 95 %
- ▷ Acide malonique
- ▷ Sulfate de manganèse
- ▷ Thiodène (empois d'amidon)
- ▷ (Traitement des déchets) Thiosulfate de sodium

### Matériel :

- ▷ Balance et spatule
- ▷ Agitateur magnétique chauffant
- ▷ Pipette graduée de 5 mL
- ▷ Propipette
- ▷ Éprouvette graduée de 50 mL
- ▷ 3 béchers de 100 mL
- ▷ 3 flacons bouchés de 50 mL
- ▷ Bécher de 200 mL

### Protocole ● En préparation

- ▷ Solution A1 : Dans un bécher de 100 mL, verser 40 mL d'eau, 0.2 mL d'acide sulfurique et 2.2 g d'iodate de potassium. Agiter et chauffer jusqu'à dissolution complète. Compléter jusque environ 50 mL avec de l'eau.
- ▷ Solution A2 : Dans un bécher de 100 mL, verser 20 mL d'eau oxygénée, compléter avec de l'eau jusque 50 mL.
- ▷ Solution A3 : Dans un bécher de 100 mL, dissoudre 0.8 g d'acide malonique, 0.16 g de sulfate de manganèse et (à peu près) 1 g de thodène dans 50 mL d'eau.
- ▷ Placer le bécher de 250 mL sur l'agitateur magnétique (froid).

**Protocole • Pendant la leçon**

- ▷ Introduire un volume  $V$  de solution A1 et A2 dans le bécher, bien les mélanger quelques secondes en agitant doucement.
- ▷ Ajouter A3 et arrêter vite l'agitation dès qu'une couleur brun-orangé ou bleu apparaît. Les oscillations commencent

**Protocole • Traitement des déchets**

- ▷ Détruire l'iode formée avec du thiosulfate.

**Remarques**

Le proportions ont été divisées par 5 par rapport au protocole initial, qui prévoyait 1.5 L de solution...

Pour une réaction plus lente, avec un côté dépendance spatiale, on peut aussi faire la réaction classique de Belousov–Zhabotinsky (même livre, pages 61–64). Cette fois-ci les proportions sont plus raisonnables. Attention cependant car les auteurs ont une conception un peu particulière de la sécurité en laboratoire : l'étape comportant "un léger dégagement de brome" est à faire impérativement sous hotte.

## I.7 Thermochimie

**🔪 27 Effet thermique de la dissolution**

**Source :** Le Maréchal, *Chimie Générale*, pp. 232-233 ;

**Mots-clefs :** enthalpie, endothermique, exothermique, athermique,

**Produits :**

- ▷ Pastille ou soude concentrée NaOH
- ▷ Sel solide NaCl
- ▷ Chlorure d'ammonium solide  $\text{NH}_4\text{Cl}$

**Matériel :**

- ▷ 3 tubes à essai + support
- ▷ thermomètre

**Protocole • En préparation**

- ▷ Remplir les tubes avec  $\sim 3$  cm d'eau
- ▷ Relever la température des tubes
- ▷ Pré-noter ce que l'on va mettre dans les tubes
- ▷ Prévoir des bouchons pour agiter

**Protocole • Pendant la leçon**

- ▷ Ajouter 4-5 pastille s de soude dans un premier tube, agiter (ou soude concentrée)

- ▷ Ajouter une bonne spatule de sel dans la seconde, agiter
- ▷ Ajouter une spatulée de chlorure d'ammonium dans la troisième, agiter
- ▷ Relever la température dans les trois tubes
  - tube 1 :  $\Delta_r H^\circ < 0$  : exothermique, élévation de la température
  - tube 2 :  $\Delta_r H^\circ = 0$  : athermique, pas de variation de température
  - tube 3 :  $\Delta_r H^\circ > 0$  : endothermique, abaissement de la température

## Remarques

Le protocole propose d'utiliser des pastilles de soude, mais ça marche aussi avec de la soude concentrée. Attention, avec la soude ça peut chauffer très fort et bouillir, il faut donc travailler sous hotte.

## 🔥 28 Expérience de la pluie d'or

**Source :** Le Maréchal, *Chimie Générale*, pp. 229-230 ;

**Mots-clefs :** solubilité, température,

### Produits :

- ▷ Nitrate de plomb à 5 pourcents en masse  $\text{PbNO}_3$
- ▷ Iodure de potassium à 5 pourcents en masse  $\text{KI}$

### Matériel :

- ▷ 2 pipettes graduées de 1mL ou micro-pipette de 1000mL
- ▷ Gros tube à essai
- ▷ éprouvette de 25mL
- ▷ pince pour le tube à essai
- ▷ bec bunsen ou lampe à alcool
- ▷ Glace et grand béccher ou crisallisoir pour tremper le tube à essai

## Protocole ● En préparation

- ▷ Mélanger dans le tube à essai 1mL de chaque solution, une poudre jaune se forme
- ▷ Ajouter environ 20mL d'eau
- ▷ Chauffer le tube jusqu'à disparition de la poudre
- ▷ Si toute la poudre ne se dissout pas, rajouter de l'eau

## Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ Refroidir le tube à essai dans de la glace, lorsque le solide commence à réapparaître, le sortir de la glace et admirer la "pluie d'or"

## Remarques

Les quantités de produit et d'eau sont à respecter pour que l'expérience fonctionne correctement. Plus le tube à essai est large, plus l'effet est spectaculaire. Le refroidissement peut prendre quelques dizaines de seconde, juste le temps de commenter sur ce qu'il se passe.

### 29 Influence de la salaison sur la fusion de la glace

<b>Mots-clefs</b> : liquide, eutectique,	
<b>Produits</b> : ▷ eau distillée, glace, sel	<b>Matériel</b> : ▷ 1 cristalliseur ▷ 1 thermocouple avec affichage

**Compétences expérimentales illustrables** : Mesure d'une température

#### **Protocole** ● En préparation

- ▷ Remplir le cristalliseur d'eau distillée
- ▷ Prévoir de la glace et du sel

#### **Protocole** ● Pendant la leçon

- ▷ Ajouter la glace dans l'eau liquide, mesurer la température ( $T_f = 0^\circ \text{C}$ )
- ▷ Ajouter du sel en bonne quantité, la température diminue

#### **Remarques** :

- ▷ Le mélange sel/eau a un palier eutectique avec  $x_{\text{NaCl}} = 23\%$  et une température de  $-21^\circ \text{C}$ .

## II Chimie des solutions

### Leçons correspondantes

- ▷ LC30 Dosages : réaliser un dosage par étalonnage [1ère spé]
- ▷ LC04 Acides et bases faibles : détermination d'une constante d'acidité [Tle spé]
- ▷ LC06 Chimie analytique quantitative et fiabilité : titrage par conductimétrie [Tle spé]
- ▷ LC35 Solubilité : extraire de manière sélective des ions d'un mélange [Tle STL spé SPCL]
- ▷ LC36 Oxydoréduction : réaliser un titrage dont la réaction support est une réaction d'oxydoréduction [Tle STL spé SPCL]
- ▷ LC42 Chimie et alimentation : doser une espèce chimique présente dans un produit phytosanitaire [1ère ST2S]
- ▷ LC44 Contrôle qualité : cas de l'air et de l'eau : réaliser le dosage d'une espèce ionique dans l'eau [Tle ST2S]
- ▷ LC47 Équilibre en solution aqueuse : déterminer expérimentalement la constante d'équilibre d'une réaction acide-base, de précipitation ou RedOx [MPSI]

### Liste des titrages par méthodes et réaction support

	Acido-basique	Oxydoréducteur	Précipitation	Complexation
Colorimétrie	🔪 35 🔪 36 🔪 37	🔪 40 🔪 60 🔪 41	🔪 43 🔪 44	🔪 46
pH-métrie	🔪 38			
Conductimétrie	🔪 38		🔪 42	
Potentiométrie	—	🔪 64		

## II.1 Dosages colorimétriques par étalonnage

### ⚠ 30 Dosage du bleu brillant dans le curaço

**Source :** *Physique-Chimie 1ere S*, Nathan 2011, p. 118 ;

**Mots-clefs :** dosage!par étalonnage, dosage!colorimétrique, étalonnage, échelle de teinte, spectrophotométrie UV-visible, dilution, produit alimentaire, produit du quotidien,

**Produits :**

- ▷ curaço contenant du E133
- ▷ bleu brillant E133 ( $10^{-5}$  M)

**Matériel :**

- ▷ 1 fiole jaugée de 100 mL
- ▷ 2 béchers de 50 mL
- ▷ 2 éprouvettes graduées de 10 mL OU 2 pipettes graduées de 10 mL
- ▷ 5 tubes à essai

**Compétences expérimentales illustrables :** Dilution, usage du spectro.

**Protocole ● En préparation**

- ▷ Réaliser l'échelle de teinte (cf. ref).
- ▷ ⚠ Attention : diluer le sirop 20 fois plutôt que 10 fois sinon il est trop concentré et ne rentre pas dans l'échelle

**Protocole ● Pendant la leçon**

- ▷ Mesurer l'absorbance, en déduire la concentration.
- ▷ Éventuellement faire la dilution.
- ▷ Comparer la quantité à la DJA : 6 mg/kg/jour en Europe.

### ⚠ 31 Dosage des ions permanganate contenus dans une solution de Dakin

**Source :** Cachau, *Redox*, 3 F.11 (p. 395) ;

**Mots-clefs :** dosage!par étalonnage, dosage!colorimétrique, étalonnage, oxydoréduction, permanganate, produits de la santé, produits du quotidien,

**Produits :**

- ▷ Dakin ou permanganate officinal en sachet ou en comprimé dosés à 0,25 g de  $\text{KMnO}_4$
- ▷ permanganate de potassium à  $3,3 \cdot 10^{-4}$  mol/L (0,521 g/L)

**Matériel :**

### Protocole ● En préparation

- ▷ si on utilise un sachet/comprimé de permanganate, il faut le dissoudre dans une fiole jaugée d'1 L avec de l'eau distillée
- ▷ préparation de la gamme d'étalonnage à partir de la solution mère à 0,33 mmol/L
  - dilution 8/10, 8 mL mère pour 10 mL au fille
  - dilution 6/10, 4/10, 2/10 et 1/10.
- ▷ mesure du spectre de la solution mère, repérage de  $\lambda_{max}$
- ▷ mesure au spectro de l'absorbance des solutions filles

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ montrer une dilution à partir de la solution mère
- ▷ mesurer l'absorbance de la solution avec du Dakin
- ▷ lecture de la concentration de  $\text{MnO}_4^-$  à partir de la courbe d'étalonnage

## 🔪 32 Dosage d'un produit phytosanitaire : la bouillie bordelaise

**Source :** Nathan, *Physique-Chimie 1<sup>ère</sup> spé*, 2019, (p.273) ;

**Mots-clefs :** bouillie bordelaise, dosage, étalonnage, cuivre, colorimétrie,

#### Produits :

- ▷ bouillie bordelaise commerciale (ici  $c(\text{Cu}^{2+}) = 190\text{g/L}$ )
- ▷ sulfate de cuivre anhydre
- ▷ pissette d'eau distillée/permutée
- ▷ ammoniacque

#### Matériel :

- ▷ pipettes jaugées (par ex de 5,0 ; 10,0 et 20,0 mL)
- ▷ fiole jaugée de 50 mL
- ▷ fiole jaugée de 1 L
- ▷ fiole jaugée de 200 ou 300 mL

### Protocole ● En préparation

- ▷ Préparer la solution à doser :
  - prendre la fiole jaugée de 1 L
  - y verser 10,0 mL du produit commercial
  - ajouter 120 mL d'ammoniacque pour "intensifier la couleur"
  - compléter au trait de jauge
  - rediluez cette solution par 5
- ▷ Préparer la solution mère :
  - préparer une solution à  $c_0(\text{Cu}^{2+}) = 1,00\text{g/L}$  contenant de l'ammoniac ( 63 mL pour 1L de solution préparée)
  - il faut au strict minimum 150 mL de solution donc prévoir plus large : 200 ou 300 mL
- ▷ Préparer les solutions filles :

prendre la fiole jaugée de 50 mL

pour les 6 solutions filles, prélever respectivement : 10, 15, 20, 25, 30, 40 mL

remplir jusqu'au trait de jauge

▷ Créer la courbe d'étalonnage avec le spectrophotomètre :

trouvez le maximum d'absorption

relevez l'absorbance de chacune des solutions filles (et mère) à cette longueur d'onde

### **Protocole ●** Pendant la leçon

▷ Relevez l'absorbance de la solution à doser à cette longueur d'onde

▷ Faire la conversion (ne pas oublier la dilution x5)

### **Remarques**

Pour manipuler plus durant la leçon, on peut éventuellement rajouter la préparation de la solution à doser ou sa dilution, mais dans la leçon "chimie et alimentation", il y a beaucoup d'autres manipulations plus ou moins longues qui sont réalisables.



## II.2 Dosages conductimétriques par étalonnage

### ⚠ 33 Dosage conductimétrique par étalonnage d'un sérum physiologique

**Source :** Hachette, *Physique-Chimie T<sup>ale</sup>S*, 2012, p. 471 ;

**Mots-clefs :** dosage!conductimétrique, dosage!par étalonnage, étalonnage, produit du quotidien, produit de la santé, serum physiologique,

**Produits :**

- ▷ ampoule de sérum physiologique
- ▷ chlorure de sodium NaCl ( $2 \times 10^{-2}$  M)

**Matériel :**

- ▷ fioles jaugées de 50 mL et 100 mL
- ▷ burette de 25 mL
- ▷ pipettes + poire
- ▷ béchers
- ▷ conductimètre

**Compétences expérimentales illustrables :** Mesure conductimétrique.

**Protocole ● En préparation**

- ▷ Faire la gamme d'étalonnage (cf. ref).

**Protocole ● Pendant la leçon**

- ▷ Mesurer la conductivité du sérum et en déduire sa concentration en NaCl.

## II.3 Réactions acido-basiques

- ▷ Titrage par pHmétrie ou indicateur coloré
- ▷ Détermination d'une constante d'acidité

### 34 Détermination du $pK_i$ d'un indicateur coloré

#### Compétence expérimentale

Mettre en oeuvre un protocole expérimental pour montrer l'invariance du  $pK_a$  d'un couple acide/base par spectrophotométrie.

**Source :** Cachau, *Acide-base*, 3 D.2 (p. 132) ;

**Mots-clefs :** indicateur coloré, spectrométrie UV-Visible, spectrophotométrie UV-Visible, constante d'acidité, point isobestique, invariance du  $pK_a$ ,

#### Produits :

- ▷ bleu de bromothymol (dans l'éthanol)
- ▷ solutions tampon de 1, 8, 13

#### Matériel :

- ▷ spectromètre UV-visible + cuves
- ▷ 1 pipette de 5 mL

#### Protocole ● En préparation

- ▷ préparer 3 cuves avec chaque tampon

#### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ réaliser les spectres

#### Remarques

Il existe un point pour lequel les formes acide et basique et acide du BBT ont la même absorption molaire : le point isobestique.

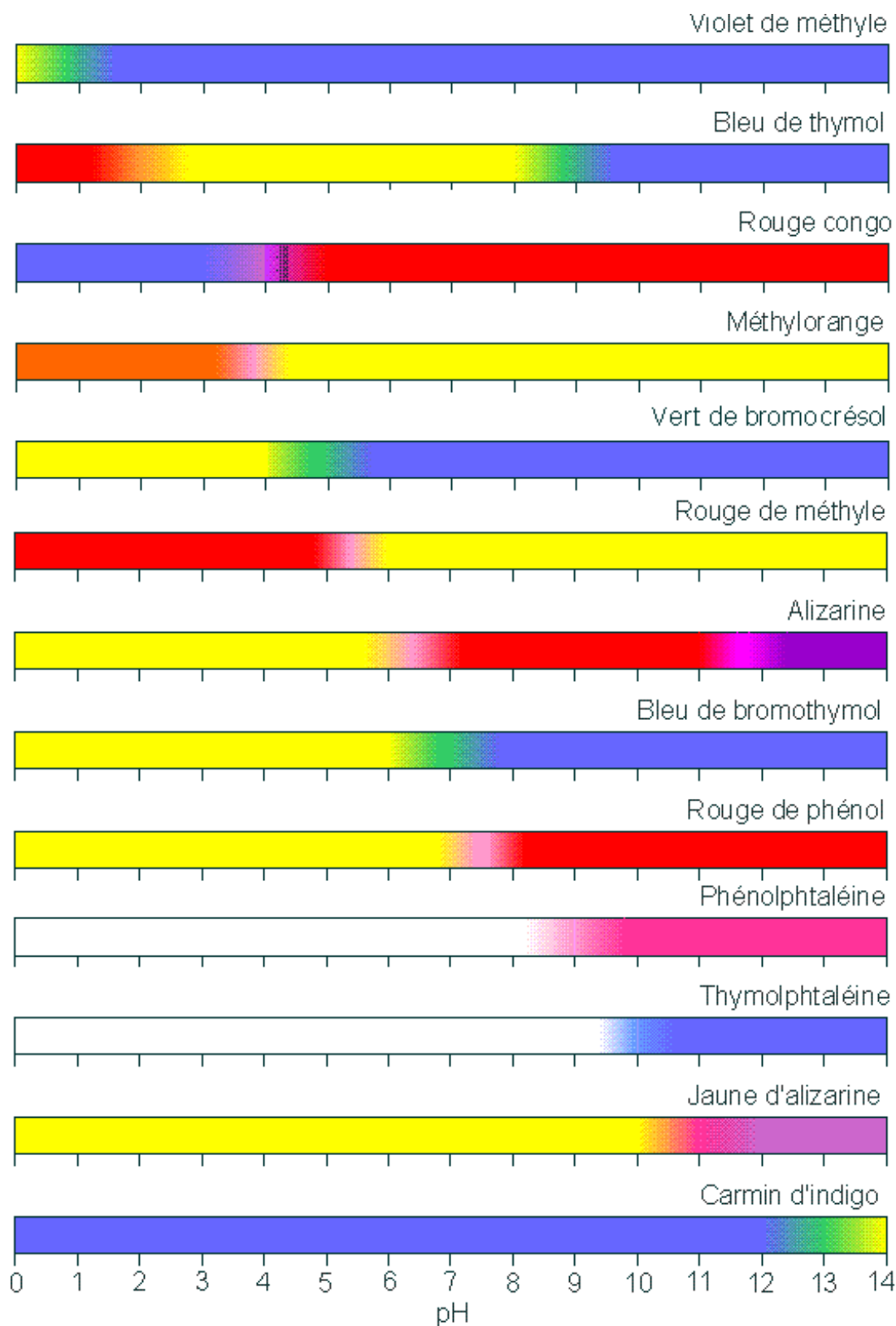
**Ajouter protocole** : Dosage du  $\text{Cu}^{2+}$  dans la bouillie bordelaise par étalonnage (produit phytosanitaire)





## II.4 Titrages acido-basiques

### Zones de virages d'indicateurs usuels



### 🔪 35 Étalonnage de la soude au KHP

**Source :** Cachau, *Redox*, 3 B.1 (pp. 84–86) ;

**Mots-clefs :** étalonnage de la soude, soude, couleur, constante d'acidité, acide-base, titrage colorimétrique, titrage acido-basique, indicateur coloré,

**Produits :**

- ▷ hydrogénophthalate de potassium KHP / acide oxalique
- ▷ soude ( $\sim 0.1$  M)
- ▷ phénolphthaléine ou équivalent (BBP)

**Matériel :**

- ▷ burette + support
- ▷ agitateur magnétique + barreau
- ▷ erlenmeyer de 100 mL
- ▷ sabot de pesée + spatule
- ▷ balance
- ▷ 1 becher de 50 mL

**Protocole** ● En préparation

- ▷ peser précisément 204.22 mg (1 mmol) de KHP et le dissoudre avec  $\sim 20$  mL d'eau dans l'erlenmeyer avec de l'eau distillée
- ▷ ajouter de l'indicateur coloré
- ▷ remplir la burette de soude à titrer avec le bécher

**Protocole** ● Pendant la leçon

- ▷ titrer jusqu'au virage

**Remarques**

- ▷ Utilisation d'un solide non hygroscopique pour titrer la soude
- ▷ Le titrite est dans la burette !
- ▷ faire éventuellement une prise d'essai avant
- ▷ L'étalonnage de la soude se fait également avec de l'acide oxalique qui est un acide particulièrement stable

### 36 Titrage d'une solution d'ammoniaque commerciale

**Source :** Mesplède, *100 manipulations de chimie*, M66.2 (p.183) ;

**Mots-clefs :** ammoniaque, couleur, acide-base, titrage!colorimétrique, titrage!acido-basique, indicateur coloré,

**Produits :**

- ▷ solution d'ammoniaque commerciale
- ▷ acide chlorhydrique à 0.1 M
- ▷ vert de bromocrésol

**Matériel :**

- ▷ burette + support
- ▷ agitateur magnétique + barreau
- ▷ erlenmeyer de 100 mL
- ▷ 1 becher de 50 mL
- ▷ 1 pipette jaugée de 5 mL
- ▷ 1 pipette jaugée de 10 mL
- ▷ 1 fiole jaugée de 500 mL

**Protocole** ● En préparation

- ▷ diluer 100 fois la solution d'ammoniaque
- ▷ prélever 10 mL de la solution diluée et les verser dans l'erlen
- ▷ ajouter de l'indicateur coloré
- ▷ remplir la burette avec l'acide chlorhydrique

**Protocole** ● Pendant la leçon

- ▷ titrer jusqu'au virage (du bleu au jaune)

**Remarques**

### 37 Titrage de l'acide éthanoïque dans le vinaigre

**Source :** Le Maréchal, *Chimie Générale*, pp. 19–20 ;

**Mots-clefs :** titrage!colorimétrique, titrage!acido-basique, indicateur coloré, produit alimentaire, produit du quotidien, acide-base, constante d'acidité,

**Produits :**

- ▷ vinaigre (solution d'acide éthanoïque)
- ▷ soude à 0.1M
- ▷ indicateur coloré (bleu de thymol)

**Matériel :**

- ▷ pipette jaugée de 1mL
- ▷ erlenmeyer de 150mL
- ▷ burette
- ▷ bécher moyen (pour la poubelle)

**Compétences expérimentales illustrables :** Pipetage, titrage colorimétrique.

### Protocole ● En préparation

- ▷ préparation de la solution titrée : prélever 1.0mL de vinaigre, les verser dans l'ermen, ajouter quelques mL d'eau distillée et quelques gouttes d'indicateur coloré
- ▷ rincer la burette à l'eau puis avec la soude, puis la remplir avec la solution de soude
- ▷ Faire un titrage rapide pour savoir l'OdG du volume équivalent.
- ▷ reremplir la burette avec la solution de soude

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ effectuer à nouveau la préparation de la solution titrée
- ▷ vérifier le zéro de la burette, le refaire si besoin
- ▷ Faire le titrage.

### Remarques :

- ▷ Remplacer la phénolphthaléine (cancérogène) par le bleu de thymol (la zone de virage est à  $\text{pH} \sim 8$ ).
- ▷ Peut également s'adapter en suivi pH-métrique, on peut alors repérer le  $\text{pK}_a$  de l'acide éthanoïque (4,8). Attention cependant pour tremper correctement les électrodes, il faut diluer la solution initiale or pour repérer le  $\text{pK}_a$  la concentration initiale ne doit pas être trop forte.

## ⚠ 38 Dosage d'un acide animé : la glycine

**Source :** Daumarie, *Florilège de chimie pratique*, §VI.7 (pp. 204–208) ;

**Mots-clefs :** acide-base, pH, acide aminé, conductimétrie, titrage!conductimétrique, titrage!pH-métrique, titrage!acido-basique, acide faible, polyacide,

### Produits :

- ▷ acide chlorhydrique  $\text{HCl}$  (0.5 M)
- ▷ soude  $\text{NaOH}$  (0.1 M, fraîche précise)
- ▷ glycine neutre
- ▷ solution étalon conductimètre  
KCl à 0.1M
- ▷ solutions étalon pH-mètre  
tampons 4-7-10

### Matériel :

- ▷ conductimètre
- ▷ fiole jaugée de 100mL
- ▷ pipette jaugée de 10mL + poire
- ▷ pipette jaugée de 20mL
- ▷ sabot de pesée + spatule + balance
- ▷ 1 grand bécher (électrodes)
- ▷ 3 bécher de 100mL
- ▷ burette + support
- ▷ agitateur magnétique + barreau
- ▷ pH-mètre + étalons
- ▷ électrode de verre
- ▷ conductimètre + étalon
- ▷ ECS

## Protocole • En préparation

- ▷ étalonner la soude  $\Delta$  35
- ▷ dans la fiole, dissoudre 375 mg (0.05 mol/L) de glycine neutre dans 10,0 mL d'acide chlorhydrique à 0.5 M, compléter à 100 mL
- ▷ préparer la burette avec la solution de soude
- ▷ étalonner les pH et conductimètres

## Protocole • Pendant la leçon

- ▷ vérifier le zéro de la burette, le refaire si nécessaire
- ▷ geste technique : prélever  $V_0 = 20$  mL de la solution de glycine et mettre dans le bécher
- ▷ compléter avec de l'eau distillée (pour tremper les électrodes)  
**⚠ Attention** : mesurer le volume total dans le bécher pour les méthodes d'analyse
- ▷ effectuer simultanément les dosages conductimétrique et pH-métrique

## Remarques

- ▷ La glycine possède deux acidités de  $pK_a$  respectifs 4.2 et 11.7, le titrage par conductimétrie à l'avantage de permettre de visualiser les deux (ici on a alors  $V_{E1} \sim 10$  et  $V_{E2} \sim 20$  mL)
- ▷ le suivi pH-métrique souffre de peu précision à cause du faible  $\Delta pK_a$   
**⚠ Attention** : ici on ne veut pas trop diluer au départ pour ne pas rater la première acidité, donc on a pas des segments de droite parfaitement propre pour la conductivité

### Variantes de méthodes d'analyse des titrages acido-basiques

**Source** : [fr.wikipedia.org/wiki/Graphe\\_de\\_Gran](https://fr.wikipedia.org/wiki/Graphe_de_Gran) ;

**Mots-clefs** : méthode de Gran, conductivité corrigée, Gran (graphe méthode),

- ▷ Méthode de Gran (pH)

Tracer  $V \times 10^{-pH}$  en fonction de  $V$  / de pente  $-10^{-pK_a}$

Tracer  $(V + V_0)10^{pH}$  en fonction de  $V$  / de pente  $10^{pH_{NaOH}}$

- ▷ Méthode de la conductivité corrigée (conductimétrie)

Tracer  $\sigma' = \sigma \frac{V_0 + V}{V}$  en fonction de  $V$ .



## II.5 Réactions d'oxydoréduction

### 39 Séparation sélective des ions Cu II et Fe III

**Source :** <https://p7.storage.canalblog.com/77/96/1380439/109994540.pdf> ;

**Mots-clefs :** séparation sélective, extraction, précipitation, ions, métaux, précipitation sélective, fer, cuivre,

**Produits :**

- ▷ sulfate de cuivre (II)  $\text{CuSO}_4$  (1 M)
- ▷ nitrate de fer (III)  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  (1 M)
- ▷ soude  $\text{NaOH}$  (1 M)

**Matériel :**

- ▷ becher
- ▷ burette + support
- ▷ agitateur magnétique + barreau
- ▷ 2 pipettes jaugées de 10 ml
- ▷ filtre plissé + entonnoir
- ▷ erlenmeyer
- ▷ coupelle + balance

### Compétences expérimentales illustrables

- ▷ utilisation d'un pH-mètre
- ▷ réaliser une filtration

### Protocole ● En préparation

- ▷ Préparation de la solution initiale :
  - prélever 10 ml de sulfate de cuivre et 10 ml de nitrate de fer
  - réunir ces deux solutions dans un becher
- ▷ Étalonnage du pH mètre
- ▷ réaliser une première fois le protocole de la leçon et placer le solide filtré à l'étuve
- ▷ Faire précipiter le cuivre en ajoutant de la soude, filtrer et placer le résultat à l'étuve
- ▷ re-préparer le montage pour la leçon : préparation de la solution, remplissage de la burette par la soude

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ placer le bêcher contenant la solution initiale sous la burette et sur l'agitateur magnétique en y disposant le barreau magnétique
- ▷ Disposer les électrodes du phmètre dans la solution, éventuellement compléter par de l'eau distillé
- ▷ ajouter progressivement de la soude en contrôlant le pH : il ne doit pas dépasser 4. Le pH augmente lentement initialement, mais se met à augmenter rapidement

ensuite. Au bout de 10 ml on à tous consommé le fer en principe mais on risque de commencer à faire précipiter le cuivre

- ▷ filtrer le mélange sur papier plissé, en principe le filtrat est bien bleu (le solide est rougeâtre)
- ▷ rajouter de la soude au filtrat pour faire précipiter le cuivre (précipité bleu)

**Remarques :**

- ▷ Equation de réaction de précipitation des ions fer (III)  $\text{Fe}_{(\text{aq})}^{3+} + 3\text{HO}_{(\text{aq})}^{-} = \text{Fe}(\text{OH})_{3(\text{s})}$  ;  
de constante  $K^{\circ} = 4,0 \cdot 10^{37}$
- ▷ pH du début de précipitation du fer est proche de 1
- ▷ Equation de réaction de précipitation des ions cuivre (II)  $\text{Cu}_{(\text{aq})}^{2+} + 2\text{HO}_{(\text{aq})}^{-} = \text{Cu}(\text{OH})_{2(\text{s})}$  ;  
de constante  $K^{\circ} = 5,0 \cdot 10^{19}$
- ▷ pH du début de précipitation du cuivre est 4,8

## II.6 Titrages redox

### 40 Titration du fer dans un produit commercial

**Source :** Hachette, *Physique-Chimie T<sup>ale</sup> spé*, 2019, p. 66 ;

**Mots-clefs :** titrage!colorimétrique, titrage!redox, permanganate, produit de la santé, produit du quotidien, fer, oxydoréduction,

#### **Produits :**

- ▷ permanganate de potassium  $\text{KMnO}_4$  ( $1 \cdot 10^{-2}$  M)
- ▷ solution commerciale contenant du Fer :
  - anti-chlorose
  - Tardiféron (médicament contre carence en fer quelconque)
- ▷ oxalate (concentrée)

#### **Matériel :**

- ▷ erlenmeyer de 100 mL
- ▷ fiole jaugée de 100 mL
- ▷ entonnoir + filtre
- ▷ burette + support
- ▷ agitateur + barreau aimanté
- ▷ mortier + pilon

#### **Protocole** ● Préparation de la solution de Tardiféron

- ▷ broyer le comprimé et le mettre dans une fiole jaugée de 100 mL
- ▷ compléter avec un peu d'eau, agiter, répéter jusqu'au trait de jauge.
- ▷ soniquer si nécessaire

#### **Protocole** ● En préparation

- ▷ compléter la burette au  $\text{KMnO}_4$
- ▷ mettre 50 mL de la solution de Tardiféron dans l'erlenmeyer
- ▷ réaliser un titrage rapide en préparation pour repérer l'équivalence

#### **Protocole** ● Pendant la leçon

- ▷ doser et mesurer le volume équivalent jusqu'à persistance du violet
- ▷ calculer la concentration à partir du volume équivalent

#### **Protocole** ● Traitement des déchets

- ▷ neutralisation du permanganate avec des ions oxalate

#### **Remarques**

Dans le livre de première la teneur en ions des solutions commerciales est indiquées. Si les solutions ne sont pas disponibles, on peut donc les reproduire avec des solutions de Fe(II).

## **⚠ 41 Titrage des ions hypochlorite contenus dans un désinfectant : Dakin, eau de javel**

**Source :** Cachau, *Redox*, 3 F.10 pp.391–394 ;

**Mots-clefs :** titrage!colorimétrie, titrage!oxydoréducteur, dosage, oxydoréduction, Dakin, eau de javel, désinfectant, titrage indirect, titrage en retour, méthode de Bunsen,

### **Produits :**

- ▷ Dakin ou eau de Javel (désinfectant contenant des ions hypochlorites  $\text{ClO}^-$ ), 10/20 mL
- ▷ thiosulfate de sodium  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (0.05 M, 250 mL)
- ▷ iodure de potassium KI (15 %, 50 mL)
- ▷ acide éthanoïque (3 M, 5 mL)

### **Matériel :**

- ▷ burette de 25 mL
- ▷ agitateur magnétique
- ▷ erlenmeyer de 250 mL avec bouchon
- ▷ éprouvette graduée de 10 mL

### **Protocole ● En préparation**

- ▷ Préparer la solution de thiosulfate de sodium
- ▷ Préparer si possible la solution à titrer

### **Protocole ● Préparation de la solution à titrer**

- ▷ Partir de 10 mL de dakin OU d'eau de Javel diluée 10 fois (entre 0.5 et 1 mmol de  $\text{ClO}^-$ ).
- ▷ Ajouter (éprouvette) 10 mL de solution à 15 % de KI.
- ▷ Bien mélanger
- ▷ Ajouter (éprouvette) 5 mL de solution à 3 M d'acide éthanoïque.

### **Protocole ● Pendant la leçon**

- ▷ Faire le titrage. La solution passe de jaune-brun à incolore.

### **Protocole ● Traitement des déchets**

- ▷ Si il reste du diiode, le traiter par le thiosulfate.

### **Remarques**

Attention à respecter l'ordre indiqué sinon on synthétise du dichlore (gaz toxique).

## II.7 Précipitation

## II.8 Titrage par précipitation

### ⚠ 42 Titrage conductimétrique d'un sérum physiologique

**Source :** Hatier, *Physique-Chimie T<sup>ale</sup> spé*, 2012, pp. 467–477 ;

**Mots-clefs :** titrage conductimétrique, titrage par précipitation, précipitation, produit du quotidien, produit de la santé, sérum physiologique,

**Produits :**

- ▷ sérum physiologique commercial
- ▷ nitrate d'argent  $\text{AgNO}_3$  (0.2 M)

**Matériel :**

- ▷ Conductimètre
- ▷ 1 pipette jaugée 10 mL
- ▷ 2 béchers de 50 mL
- ▷ 1 bécher de 100 mL
- ▷ 1 éprouvette graduée de 100 mL
- ▷ 1 burette de 25 mL

**Compétences expérimentales illustrables :** Pipetage, titrage conductimétrique.

**Protocole ● En préparation**

- ▷ Faire le titrage rapidement pour avoir une idée du volume équivalent.

**Protocole ● Pendant la leçon**

- ▷ Faire le titrage.

**Remarques**

Faire pareil avec une solution saturée en chlorure de sodium pour déterminer la constante de solubilité du sel dans l'eau.

### ⚠ 43 Étalonnage d'une solution de thiocyanate

**Source :** Terrien, *Chimie du petit déjeuner*, M 2.2.1 (p. 138) ;

**Mots-clefs :** titrage!colorimétrique, titrage!par précipitation, indicateur de fin de réaction,

**Produits :**

- ▷ nitrate d'argent  $\text{AgNO}_3$  (0.05 M)
- ▷ acide nitrique  $\text{HNO}_3$  (6 M)
- ▷ alun de fer (III)  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_{3(s)} \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
- ▷ thiocyanate de potassium  $\text{KSCN}$  (0.1 M)

**Matériel :**

- ▷ erlenmeyer 100 mL
- ▷ agitateur magnétique chauffant + barreau aimanté
- ▷ burette de 25 mL
- ▷ pipettes jaugées 5 mL, 10 mL, 20 mL

### Protocole

- ▷ dans un erlenmeyer, introduire 10 mL d' $\text{AgNO}_3$ , 20 mL d'eau distillée, 10 mL d'acide nitrique, une spatulée d'alun
- ▷ doser au thiocyanate  $\Rightarrow$  une coloration rouge persistante apparaît

### ⚠ 44 Titrage des ions halogénure dans le lait par la méthode de Charpentier–Volhard

**Source :** Terrien, *Chimie du petit déjeuner*, M 2.2 (p. 138) ;

**Mots-clefs :** titrage!colorimétrique, titrage!par précipitation, titrage!en retour, lait, produits alimentaires, méthode de Charpentier–Volhard, indicateur de fin de réaction, halogènes,

**Produits :**

- ▷ nitrate d'argent  $\text{AgNO}_3$  (0.05 M)
- ▷ acide nitrique  $\text{HNO}_3$  (6 M)
- ▷ alun de fer (III)  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_{3(s)} \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
- ▷ thiocyanate de potassium  $\text{KSCN}$  (0.1 M)
- ▷ permanganate de potassium  $\text{KMnO}_4$  (saturée)
- ▷ D-glucose
- ▷ lait
- ▷ oxalate de sodium (concentré)

**Matériel :**

- ▷ 3 erlenmeyers 100 mL
- ▷ agitateur magnétique chauffant + barreau aimanté
- ▷ burette de 25 mL
- ▷ pipettes jaugées 5 mL, 10 mL, 20 mL

### Protocole • En préparation

- ▷ doser le thiocyanate au nitrate d'argent ⚠ 43, on note  $V_1$  le volume de titrage

- ▷ remplir la burette de thiocyanate
- ▷ dans deux erlenmeyers, introduire 10,0 mL de lait, 10,0 mL de  $\text{AgNO}_3$ , 10 mL de  $\text{HNO}_3$ , 5 mL de permanganate
- ▷ mettre à ébullition en agitant  $\Rightarrow$  il se forme un précipité colloïdal
- ▷ si une suspension violette persiste, ajouter du glucose
- ▷ laisser refroidir et ajouter une spatulée d'alun

**Protocole •** Pendant la leçon

- ▷ doser le contenu d'un des erlenmeyers au thiocyanate, l'autre sert de blanc

**Protocole •** Traitement des déchets

- ▷ neutralisation du permanganate avec des ions oxalate

## II.9 Réactions de complexation

### 45 Détermination de la constante de formation de l'ion tétraammine-cuivre(II)

**Source :** Mesplède, *100 manipulations de chimie*, M66.2 (p.183) ;

**Mots-clefs :** cuivre, complexes, constante de formation, oxydoréduction,


**Produits :**

- ▷ sulfate de cuivre  $\text{CuSO}_4$  (0.1 M)
- ▷ solution commerciale d'ammoniaque
- ▷ acide chlorhydrique  $\text{HCl}$  (0.1 M)
- ▷ vert de bromocrésol

**Matériel :**

- ▷ fiole jaugée de 500 mL
- ▷ 4 pipettes jaugées de 10 mL
- ▷ 2 pipettes jaugée de 50 mL (ou 2 de 25 mL)
- ▷ burette graduée
- ▷ erlenmeyer de 100 mL
- ▷ 2 béchers 150 mL
- ▷ voltmètre avec électrode  $\text{KCl}$  et plaque de cuivre + fil électrique et pince-croco

**Protocole •** En préparation

- ▷ titrage de la solution d'ammoniaque commerciale (cf.  36)
- ▷ dans le bécher 1, verser 50.0 mL d'eau distillée
- ▷ dans le bécher 2, verser 50.0 mL de la solution d'ammoniaque commerciale diluée deux fois

**Protocole ●** Pendant la leçon

- ▷ dans chacun des béchers, verser 10.0 mL de la solution de sulfate de cuivre et mesurer la différence de potentiel entre une électrode de cuivre et l'ECS

**Remarques**

Pour le calcul de la constante, voir le bouquin

## II.10 Titrage par complexation

### 46 Dureté de l'eau

**Source :** Mesplède, *100 manipulations de chimie*, M23 (pp.107-108) ;

**Mots-clefs :** dureté de l'eau, titrage!colorimétrique, titrage!par complexation, complexation, EDTA,

**Produits :**

- ▷ solution d'EDTA à 0.05 M
- ▷ solution tampon ammoniacal à 1 M
- ▷ solution de chlorure de magnésium à env. 0.01 M
- ▷ eau minérale (type Contrex)
- ▷ NET (noir ériochrome T – solide)

**Matériel :**

- ▷ burette + support
- ▷ agitateur magnétique + barreau aimanté
- ▷ 1 erlenmeyer de 100 mL
- ▷ pipette jaugée de 25 mL
- ▷ pipette jaugée de 20 mL

**Protocole ●** En préparation

- ▷ dans l'erlen, verser 25.0 mL d'eau minérale et 20.0 mL de tampon ammoniacal
- ▷ y dissoudre quelques cristaux de NET
- ▷ remplir la burette avec la solution d'EDTA

**Protocole ●** Pendant la leçon

- ▷ vérifier le zéro de la burette, le refaire si nécessaire
- ▷ effectuer le titrage jusqu'au changement de couleur (rouge au bleu foncé)

**Protocole ●** Traitement des déchets

- ▷ ça se jette dans le bidon basique au final

**Remarques**

Ne fonctionne pas avec l'eau du robinet de Montrouge, lol.



# III Chimie générale

## Leçons correspondantes

- ▷ LC16 Classification périodique : montrer la réactivité commune d'une famille d'éléments chimiques [2nde]
- ▷ LC20 Corps pur et mélange : réaliser une CCM [2nde]
- ▷ LC01 Liaisons chimiques : réaliser une extraction liquide-liquide [1ère spé]
- ▷ LC29 Évolution d'un système chimique : déterminer la composition d'un système à l'état final à l'aide d'un langage de programmation (numérique) [1ère spé]
- ▷ LC07 Évolution spontanée d'un système chimique et application(s) : déterminer la valeur du quotient de réaction à l'état final d'un système [Tle spé]
- ▷ LC08 Cinétique et catalyse : suivi de la concentration d'une réaction ou d'un produit au cours d'une réaction [Tle spé]
- ▷ LC33 Solvants et solubilité : étudier un facteur influençant la solubilité d'une espèce chimique [1ère/Tle STL] => chimie solution aqueuse ?
- ▷ LC12 Techniques spectroscopiques : déterminer la concentration d'une espèce à l'aide d'une droite d'étalonnage établie par spectrophotométrie [Tle STL spé SPCL]
- ▷ LC39 Gestion des risques au laboratoire de chimie : mettre en oeuvre un protocole de neutralisation [1ère ST2S]
- ▷ LC41 L'eau, propriétés physiques et chimiques : réaliser une extraction liquide-liquide [1ère ST2S] => chimie des solutions aqueuses ?
- ▷ LC15 Solubilité et miscibilité : réaliser une extraction liquide-liquide [MPSI]
- ▷ LC17 Structure et propriétés des solides : utiliser un logiciel pour visualiser des mailles et déterminer des paramètres géométriques (numérique) [MPSI]
- ▷ LC21 Cinétique homogène : établir une loi de vitesse à partir du suivi temporel d'une grandeur physique [MPSI]
- ▷ LC46 Liaisons chimiques : utiliser un logiciel permettant de visualiser la géométrie d'une molécule (numérique) [MPSI]

### III.1 Cinétique


#### 47 Réaction des ions iodures avec les ions peroxodisulfate

<b>Source :</b> Mesplède, <i>100 manipulations de chimie</i> , M79 (pp. 199–203) ; <b>Mots-clefs :</b> cinétique, oxydoréduction, spectrophotométrie UV-visible,	
<b>Produits :</b> <ul style="list-style-type: none"><li>▷ solution d'iodure de potassium à 1 M</li><li>▷ solution de peroxodisulfate de sodium à <math>10^{-3}</math> M</li></ul>	<b>Matériel :</b> <ul style="list-style-type: none"><li>▷ 3 béchers de 100 mL</li><li>▷ 2 pipette jaugée de 5 mL</li><li>▷ 1 pipette jaugée de 10 mL</li><li>▷ spectrophotomètre + <b>cuves en quartz</b></li></ul>

#### **Protocole** ● En préparation

- ▷ verser dans un bécher 15 mL de la solution de iodure de potassium
- ▷ préparer la cuve spectro remplie d'eau pour le blanc
- ▷ effectuer une mesure pour avoir une courbe de back-up (cf. protocole ci-dessous) + s'entraîner au geste car il faut aller vite

#### **Protocole** ● Pendant la leçon

- ▷ effectuer le blanc
- ▷ préparer les temps d'acquisition (6 min) et la longueur d'onde (415 nm)
- ▷  **Attention** : la réaction est assez rapide donc il faut aller le plus vite possible sur les étapes suivantes
- ▷ prélever 5 mL de la solution d'iodure de potassium les verser dans le bécher contenant les 15 mL de KI
- ▷ verser dans la cuve spectro, mettre dans le spectro
- ▷ enlever gant, fermer spectro et lancer suivi

#### **Protocole** ● Traitement des déchets

- ▷ Il y a formation de diiode pendant la réaction, celui-ci peut-être neutralisé avec du thiosulfate

#### **Remarques**

Attention à bien utiliser un cuve en quartz car le plastique absorbe dans ces longueurs d'onde (et pour le verre c'est à la limite)

## ⚠ 48 Influence de la température sur la vitesse réaction

**Source :** , pp. ??–?? ;

**Mots-clefs :** cinétique, oxydoréduction, Vant Hoff (loi de), loi de Vant Hoof (cinétique), température,

➤ **Produits :**

➤ **Matériel :**

**Protocole** ● En préparation

➤

**Protocole** ● Pendant la leçon

➤

**Protocole** ● Traitement des déchets

➤

**Remarques**

## III.2 Solvants et solutés

## ⚠ 49 Constante de partage du diode entre le cyclohexane et l'eau

**Source :** Mesplède, *100 manipulations de chimie*, M65 (p.180) ;

**Mots-clefs :** constante de partage, couleur, solubilité, spectrophotométrie UV-visible,

**Produits :**

- diode dans l'iodure de potassium  
 $I_2$  ( $2 \cdot 10^{-4}$  M) KI ( $2 \cdot 10^{-2}$  M)
- heptane
- thiosulfate de sodium  $Na_2S_2O_4$  (1 M)

**Matériel :**

- 2 ampoules à décanter
- spectrophotomètre
- cuves en quartz
- 1 gros bécher

**Protocole** ● Facultatif ● Détermination de la constante de formation de  $I_3^-$

- mesurer l'absorbance à  $\lambda = 415$  nm de la solution de  $I_2/KI$ .  $\varepsilon_\lambda(I_3^-) = 4360$   $L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$ .

**Protocole** ● En préparation

- dans une ampoule à décanter, verser 20 mL d'eau et 20 mL d'heptane

- ▷ agiter et laisser décanter
- ▷ faire le zéro de l'absorbance sur cette phase aqueuse

**Protocole ●** Pendant la leçon

- ▷ dans une ampoule à décanter, verser 20 mL de la solution d' $I_3^-$  et 20 mL d'heptane
- ▷ agiter et laisser décanter
- ▷ mesurer ensuite l'absorbance de la phase aqueuse prélevée

**Protocole ●** Traitement des déchets

- ▷ Traiter le diode formé au thiosulfate dans le gros b cher poubelle avant de jeter le tout

### III.3 Neutralisations

#### 50 Neutralisation d'acides/bases

**Source :** Nathan, *Physique-Chimie 1 re sp *, 2019, p. 27 ;

**Mots-clefs :** acide, base, traitement des d chets, s curit , neutralisation,

**Produits :**

- ▷ Soude    $2,0 \cdot 10^{-2}$  mol/L
- ▷ Acide chlorhydrique    $10^{-2}$  mol/L

**Mat riel :**

- ▷ potence
- ▷ pince(s) pour  lectrodes ou porte- lectrodes
- ▷ pH m tre +  lectrode(s)
- ▷ b cher
- ▷ barreau aimant 
- ▷ agitateur magn tique
- ▷ burette + porte burette (ou pince)

**Protocole ●** En pr paration

- ▷  talonner le pH-m tre
- ▷ verser la soude dans la burette
- ▷ verser  $\sim 2V_{eq}$  mL d'acide chlorhydrique (exemple : 20 mL pour  $V_{eq}$     $\sim 10$  mL)
- ▷ tester une premi re fois le dosage

**Protocole ●** Pendant la leçon

- ▷ refaire le dosage
- ▷ s'arr ter   pH=7

## Remarques

On peut discuter : - l'effet de la dilution sur l'aplatissement de la courbe  $\text{pH}=\text{f}(\text{V})$   
- le passage abrupte de acide à basique : méthode qui nécessite de la précision dans les volumes versés - la dangerosité de cette neutralisation et le fait qu'elle ne soit pas appliquée en pratique (produits toxiques indésirés, exothermie, risques d'explosion des bidons de tri si mélange ...) -> on préférera les dilutions et le tri

### 51 Neutralisation d'oxydants forts

**Source :** — ;

**Mots-clefs :** oxydant, manganèse, diiode, sécurité, neutralisation,

**Produits :**

- ▷ diiode  $\text{I}_2$  (en solution par ex)
- ▷ solution de  $\text{KMnO}_4$
- ▷ thiosulfate de sodium (solution concentrée)
- ▷ sel de mohl ou acide oxalique

**Matériel :**

- ▷ 4 tubes à essais
- ▷ petits béchers
- ▷ pipettes

#### **Protocole** ● En préparation

- ▷ verser de la solution de  $\text{I}_2$  dans 2 tubes à essais
- ▷ idem avec  $\text{KMnO}_4$
- ▷ tester une première fois la manip pour connaître les quantités à verser

#### **Protocole** ● Pendant la leçon

- ▷ dans un des tubes avec  $\text{I}_2$ , ajouter quelques gouttes de la solution avec du thiosulfate
- ▷ observer la décoloration
- ▷ dans un des tubes avec le manganèse, introduire quelques gouttes acides oxalique ou du sel de Mohr
- ▷ observer la décoloration

## Remarques

Après le traitement, le manganèse est sous forme  $\text{Mn}^{2+}$ . Pour le récupérer (cf. diag. E-pH) on fait précipiter en  $\text{Mn}(\text{OH})_2$  ou  $\text{Mn}(\text{OH})_3$  et on filtre.

## IV Thermochimie

### Leçons correspondantes

- ▷ LC32 Réaction de combustion : estimer le pouvoir calorifique d'un combustible [1ère spé]
- ▷ LC02 Énergie chimique : déterminer expérimentalement une enthalpie standard de réaction [Tle STL]
- ▷ LC11 Distillation et diagrammes binaires : mettre en oeuvre une technique de distillation [Tle STL SPCL]
- ▷ LC18 Corps purs et mélanges binaires : tracer une partie d'un diagramme binaire solide/liquide [PSI]
- ▷ LC19 Utilisation du premier principe de la thermodynamique pour la détermination de grandeurs physico-chimiques : déterminer une enthalpie standard de réaction [PSI]
- ▷ LC48 Application du second principe à une transformation chimique : déterminer expérimentalement une constante d'équilibre thermodynamique [PSI]
- ▷ LC24 Optimisation d'un procédé chimique : mettre en évidence l'influence de la composition d'un milieu réactionnel sur l'équilibre chimique [PSI]

### IV.1 Enthalpie standard

#### 52 Chaleur de combustion

**Source :** Le Maréchal, *Chimie Générale*, pp.254-257 ;

**Mots-clefs :** enthalpie, combustion, calorimétrie,

**Produits :**

- ▷ eau distillée
- ▷ éthanol

**Matériel :**

- ▷ lampe à éthanol + allumettes
- ▷ canette + feuille d'aluminium
- ▷ thermomètre
- ▷ support
- ▷ balance
- ▷ pince en bois

#### **Protocole** ● En préparation

- ▷ peser la lampe à alcool (ou la bougie)
- ▷ enrouler de la laine de verre et de l'aluminium autour de la canette pour limiter les pertes (en laissant le cul de la canette à l'air libre)

- ▷ remplir la canette d'eau
- ▷ suspendre la canette avec le thermomètre au dessus de la lampe
- ▷ faire une cheminée avec la feuille d'aluminium pour canaliser la flamme (on peut l'enrouler autour d'un tube à essai pour le bout)
- ▷ relever la température de l'eau dans la canette

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ allumer la lampe
- ▷ éteindre la lampe
- ▷ mesurer la température dans la canette
- ▷ peser la lampe (attention à ne pas se brûler...)
- ▷ calculer l'enthalpie de la réaction de combustion et la chaleur transférée à l'eau de la canette

### Remarques

Version illustrative en ??

Ici il y a plein de sources de pertes, donc c'est quasiment impossible de trouver une valeur de la chaleur cohérente, mais ce n'est pas très grave si on discute bien des pertes.

## 🔥 53 Chaleur de solvation

**Source :** Fosset, *Chimie Physique*, pp. 106–108 ;

**Mots-clefs :** enthalpie, entropie, dissolution, solubilité, constante d'équilibre, acide-base,

### Produits :

- ▷ acide benzoïque  $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$
- ▷ solution d'hydroxyde de sodium NaOH à  $2 \cdot 10^{-2}$  M
- ▷ solution NaOH à 0,1 M
- ▷ bleu de thymol

### Matériel :

- ▷ 3 bains thermostatés ( $0^\circ$ ,  $25^\circ\text{C}$  et  $50^\circ\text{C}$ ) si on veut mesurer  $\Delta_{\text{solv}}H^\circ$
- ▷ 1 bain de glace
- ▷ 1 thermomètre
- ▷ fiole jaugée de 100 mL
- ▷ pipettes jaugées de 20 mL
- ▷ pipettes graduées de 25 mL
- ▷ béchers de 100 mL
- ▷ erlenmeyer de 50 mL
- ▷ 1 baguette en verre

### Protocole ● En préparation

- ▷ préparation de la solution acide

introduire un bécher de 100 mL contenant environ 50 mL d'eau dans un bain thermostaté

ajouter un excès d'acide benzoïque et agiter à l'aide d'une baguette en verre  
attendre que l'équilibre de dissolution soit atteint ( $\sim 30$  minutes)

mesurer la température de la solution préparée. Répéter avec un autre bain et à l'air libre si on veut mesurer l'enthalpie de solvation.

- ▷ remplir une ou deux burettes avec les solution de NaOH (cf. pendant la leçon)
- ▷ prélever 20 mL de la solution saturée en acide benzoïque et la placer d'ermenmeyer
- ▷ ajouter quelques gouttes de bleu de thymol dans l'ermenmeyer

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ doser la solution saturée en acide avec la soude ( $10^{-1}$  mol/L pour  $25^{\circ}\text{C}$  et  $50^{\circ}\text{C}$ ,  $2 \cdot 10^{-2}$  mol/L sinon)
- ▷ calculer  $K = c_0 v_{\text{eq}} / v_0$

### Remarques

Peut servir à calculer  $K$  avec une température et  $\Delta H_{\text{solv}}^{\circ}$  si on répète l'expérience avec plusieurs bain thermostatés.

## 🔥 54 Chaleur de réaction acide base

**Source :** Cachau, *Acide-base*, 3 D.1 (p. 129) ;

**Mots-clefs :** enthalpie, calorimétrie, acide-base,

### Produits :

- ▷ acide chlorhydrique HCl (12 M)
- ▷ soude NaOH (2 M)
- ▷ pour les étalonnages  
KHP, phénolphtaléine

### Matériel :

- ▷ erlenmeyer de 150 mL
- ▷ calorimètre
- ▷ agitateur + barreau
- ▷ bouchon percé
- ▷ sonde de température

### Protocole ● En préparation

- ▷ étalonner les solutions de NaOH 🔥 35 et de HCl à la phénolphtaléine

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ sous agitation, mettre 90 mL d'eau et 10 mL de HCl dans le calorimètre
- ▷ relever la température initiale
- ▷ ajouter 10 mL de NaOH
- ▷ noter la température finale (la plus élevée)



## Remarques

⚠ Attention : c'est pas mal concentré !

## IV.2 Diagrammes binaires

### 🔥 55 Courbes de réchauffement de mélanges eau/éthanol

**Mots-clefs :** diagramme binaire liquide-vapeur, analyse thermique, azéotrope,

**Produits :**

- ▷ eau distillée
- ▷ éthanol à 95%

**Matériel :**

- ▷ N ballon bicol de 100 mL
- ▷ 2N bécher de 50 mL

**Compétences expérimentales illustrables :** présenter une courbe

#### Protocole ● En préparation

- ▷ Préparer différents mélanges eau/éthanol. Pour la filière STL SPCL, *il faut réfléchir en massique* (25 g/25 g, 10 g/40 g, etc.).
- ▷ Installer un montage à reflux, le deuxième col sert pour introduire le thermocouple
- ▷ Acquérir la température pendant une chauffe de  $\sim 15$  minutes
- ▷ pour un mélange de 25 g d'eau et 25 g d'éthanol, on a une rupture de pente
- ▷ pour 50 g d'éthanol à 95% on a un palier (azéotrope)

#### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ présenter les courbes obtenues (azéotrope + 1 mélange au moins)

## Remarques

- ▷ pour le mélange d'eau et d'éthanol, la courbe d'analyse thermique finit par atteindre un palier qui n'est pas l'azéotrope... Pas très clair de pourquoi, mais il suffit de ne pas le montrer

## 56 Distillation

**Source :** Strasser et al. ;

**Mots-clefs :** diagramme binaire !liquide-vapeur, distillation !simple, distillation !fractionnée, azéotrope, colonne de Vigreux,

**Produits :**

- ▷ vin commercial (blanc ou rouge)

**Matériel :**

- ▷ une grande éprouvette
- ▷ ballon (monocol ou bicol cf commentaires) + 1 ou 2 thermomètres
- ▷ chauffe ballon
- ▷ boy (support élévateur)
- ▷ potence
- ▷ pinces adaptées
- ▷ pierre ponce
- ▷ réfrigérant à eau
- ▷ colonne simple (ou pas)
- ▷ colonne de Vigreux
- ▷ divers petits erlenmeyers ou éprouvettes tarés \*Oo\*
- ▷ un plus grand erlenmeyer

### **Protocole** ● En préparation

- ▷ Verser un grand volume de vin dans le ballon (quelques centaines de mL)
- ▷ réaliser le montage de la distillation avec une colonne simple (ou carrément sans colonne et juste le réfrigérant - cf. A.S.Bernard et choisir en son âme et conscience)
- ▷ la manip ici que je propose en préparation (et que j'ai testée) demande d'être réactif et de rester à proximité du montage
  - lancer le chauffage
  - récupérer le liquide dans un erlen "poubelle" jusqu'à stabilisation de la température (cf. remarques)
  - une fois la température stabilisée, on se repère sur le diagramme binaire et on peut remonter aux nombres de paliers atteints avec la distillation simple. On récupère les produits par paliers de 2-3 °C dans un nouvel erlen. La température va augmenter car la quantité de vin dans le ballon diminue
  - à chaque changement d'erien, refermer les contenants avec du parafilm car l'éthanol s'évapore
  - quand on s'approche de 100°C et qu'on a quelques erlens dont les produits sont analysables (si on a bien manipé), éteindre le chauffage

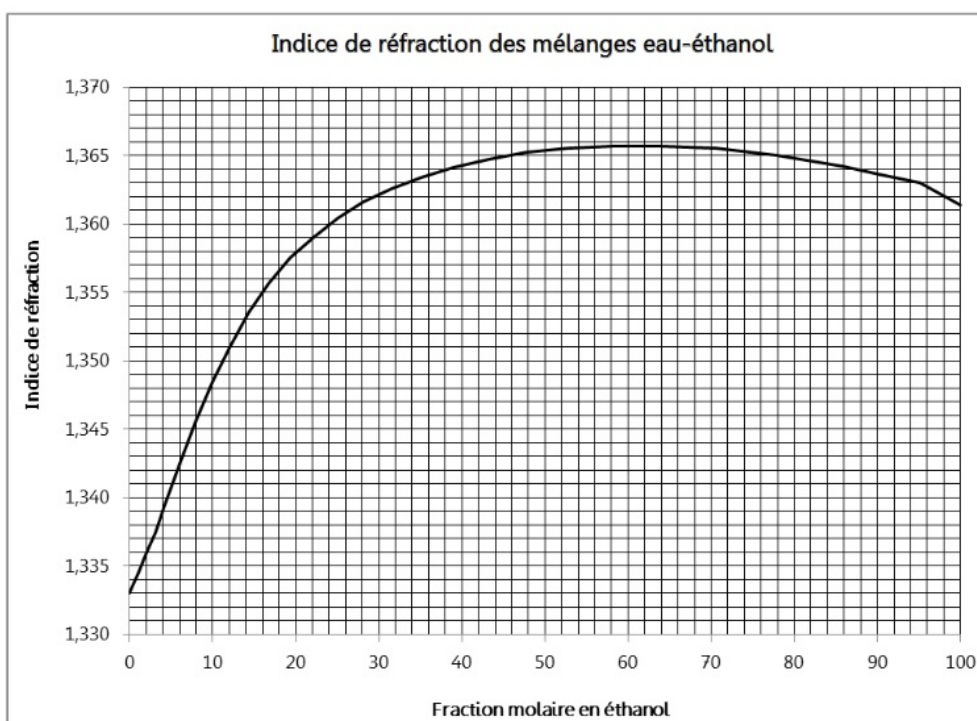
- déterminer le pourcentage en éthanol des produits dans les différents erlen : peut se faire par réfractométrie ou par pesée (masse volumique)
- montrer que le taux d'éthanol diminue au cours de la distillation
- ▷ SINON on peut simplement tout récupérer dans un grand erlen et attendre que la distillation se fasse. On pourra ensuite comparer l'efficacité avec celle d'une distillation fractionnée

### **Protocole • Pendant la leçon**

- ▷ AU DEBUT lancer la distillation mais cette fois avec la colonne de Vigreux et avec un grand Erlenmeyer taré
- ▷ en cours de leçon : prélever le liquide dans l'Erlen (mettre un autre récipient en dessous du réfrigérant)
- ▷ déterminer le pourcentage en éthanol du produit : peut se faire par réfractométrie ou par pesée (masse volumique)
- ▷ montrer qu'on obtient l'azéotrope avec une distillation fractionnée

### **Remarques :**

- ▷ au début de la distillation (simple ou fractionnée), la température n'est pas forcément fixée ou bien définie. Ca dépend du vin : on récupère autres ajouts (arômes, tanin, etc. - regarder sur internet) Pour la deuxième manip, ça influence moins.
- ▷ on peut éventuellement prendre un ballon bicol et 2 thermomètres : un au niveau du ballon, l'autre en tête de colonne.
- ▷ on peut aussi montrer l'influence de la taille de la colonne si on est rapide et qu'on optimise sa paillasse si on se contente de la 2e manip (mais difficile aussi car nécessite 2 à 3 montages de distillation)
- ▷ le diagramme binaire peut être tracé sur ChimGéné ou sinon il est disponible sur internet, mais c'est important de l'avoir sous la main
- ▷ la courbe des indices de réfraction = fct ( fraction molaire en éthanol ) se trouve ici :



### 🔪 57 Courbe de refroidissement du mélange Sn/Pb

**Source :** Daumarie, *Florilège de chimie pratique*, pp. 172-178 ;

**Mots-clefs :** diagramme binaire solide-liquide, analyse thermique, eutectique,

#### Produits :

- ▷ Sn/Pb  $x_{\text{Pb}} = 0\%$
- ▷ Sn/Pb  $x_{\text{Pb}} = 25\%$
- ▷ Sn/Pb  $x_{\text{Pb}} = 38,7\%$  (eutectique)
- ▷ Sn/Pb  $x_{\text{Pb}} = 50\%$

#### Matériel :

- ▷ creusets
- ▷ bec bunsen
- ▷ des allumettes
- ▷ thermocouple
- ▷ miroir
- ▷ carte sysam + ordinateur

**Compétences expérimentales illustrables :** Acquisition d'une courbe de refroidissement, ChimGéné

#### Protocole ● En préparation

- ▷ Chauffer le creuset
- ▷ Une fois le mélange fondu, introduire le thermocouple (on peut prévoir un miroir pour voir s'il est bien plongé au milieu du mélange)
- ▷ Arrêter le bec, lancer l'acquisition de la courbe de refroidissement (~ 15 minutes)

**Protocole •** Pendant la leçon

- ▷ 20 minutes avant le début de la leçon, chauffer le mélange
- ▷ Lancer l'acquisition de la courbe de refroidissement au début de la leçon (cf au dessus)
- ▷ Présenter la courbe le moment venu

**Remarques :**

- ▷ On peut réaliser les courbes de plusieurs mélanges pour comparer avec celui obtenu pendant la leçon, l'eutectique doit avoir le pallier le plus bas
- ▷ On peut enrichir l'expérience en traçant des courbes de refroidissement et le diagramme binaire de Sn/Pb avec ChimGéné

### IV.3 Equilibres et évolutions

**🔪 58 Complexes du cuivre — Influence de la température**

**Source :** Porteu, *L'épreuve orale du CAPES*, p.70 – Protocole B ;

**Mots-clefs :** Température, Van't Hoff, cuivre, équilibre, complexes,

**Produits :**

- ▷ solution saturée en sel
- ▷ sulfate de cuivre anhydre
- ▷ eau distillée

**Matériel :**

- ▷ tubes à essais
- ▷ pipette
- ▷ cristallisateur + glace
- ▷ bain marie (plaque chauffante + cristallisateur + eau )
- ▷ bouchons de tubes à essais
- ▷ pinces et potences

**Protocole •** En préparation

- ▷ préparer un tube à essais contenant de la solution salée et un tube à essais contenant de l'eau distillée (les remplir quasiment)
- ▷ verser env. 0.5 g de sulfate de cuivre anhydre dans chacun des 2 tubes à essais
- ▷ secouer
- ▷ Prélever de l'un et l'autre tube (même quantité de chaque) et faire un tube à essais (bien rempli!) du mélange 50/50. (MAIS GARDER DE CHACUNE DES SOLUTIONS POUR COMPARER A LA FIN)
- ▷ diviser ce tube là en trois tubes
- ▷ plonger l'un des tubes dans l'eau chaude, un autre dans l'eau froide. Le 3e et les deux solutions de départ servent de témoin.

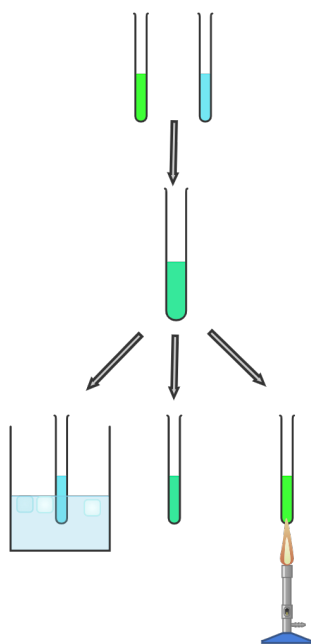


FIGURE 1 – Complexes du cuivre

### ⚠ 59 Equilibre gazeux - Azote - Procédé de Haber-Bosch

**Source :** Bup 879 ;

**Mots-clefs :** Température, Van't Hoff, azote, gaz ,

**Produits :**

- ▷ copeaux de cuivre
- ▷ acide nitrique

**Matériel :**

- ▷ 3 cristallisoirs (dont 1 grand + 1 petit) + glace (dans le grand)
- ▷ entonnoir (en verre) de diamètre plus petit que celui du petit cristallisoir
- ▷ 3 seringues (dont l'embout est fondu et fermé)
- ▷ plaque chauffante
- ▷ (pinces et potence)
- ▷ pipettes

**Protocole ● En préparation**

- ▷ prendre le plus grand cristallisoir et mettre de la glace
- ▷ prendre le cristallisoir plus petit et le placer dans la glace du premier
- ▷ placer quelques (pas beaucoup nécessaires) copeaux de cuivre dans le cristallisoir - faire un petit tas au centre
- ▷ mettre l'entonnoir (tête renversée) au dessus du cuivre (pour que le bout fin (=tu-

bulure) de l'entonnoir pointe vers le haut)

- ▷ SE PLACER SOUS HOTTE!!!! ET L'ALLUMER!!!!!!!!!!!!
- ▷ à travers la tubulure de l'entonnoir, introduire à l'aide d'une pipette quelques gouttes d'acide nitrique concentré. Du gaz roux se crée dans l'entonnoir.
- ▷ placer rapidement une seringue au dessus de la tubulure de l'entonnoir. Rajouter éventuellement des gouttes d'acide et répéter l'opération jusqu'à ce que la concentration de gaz dans la seringue soit jugée suffisante (couleur rousse/ orange/ brune prononcée). Dans ce cas, retirer la seringue et la boucher.
- ▷ remplir les suivantes de la même manière tant qu'il y a dégagement gazeux. Rajouter l'un ou l'autre réactif éventuellement.

### **Protocole ● En leçon**

- ▷ toujours garder une seringue témoin
- ▷ comprimer (bien) une des seringues : la couleur orangée fonce (augmentation de la concentration) puis se décolore. Au final, on revient à la première couleur ( $Q=K$  : ce sont les proportions qui importent, pas les quantités de matière).
- ▷ détendre maintenant cette seringue : la couleur orangée s'éclaircit (diminution de la concentration) puis fonce à nouveau. Au final, on revient à la première couleur ( $Q=K$ ).
- ▷ mettre cette seringue dans l'eau chaude (tenir avec une pince? veiller à ce que le piston ne saute pas! Mais il ne faut pas le bloquer non plus : on veut garder la pression constante ) et une autre dans l'eau froide : changement de couleur -> s'explique avec Van't Hoff

### **Remarques**

: La théorie est détaillée ici

## V Électrochimie

Leçons proposées :

- ▷ LC05 Oxydants et réducteurs : réaliser une pile [Tle spé]
- ▷ LC38 Oxydoréduction : déterminer la capacité d'un accumulateur [Tle STI2D]
- ▷ LC23 Diagrammes E-pH (construction exclue) : mettre en oeuvre une méthode d'analyse quantitative s'appuyant sur les diagrammes E-pH [MPSI]
- ▷ LC25 Corrosion humide des métaux : illustrer expérimentalement une méthode de protection contre la corrosion [PSI]
- ▷ LC26 Conversion d'énergie chimique en énergie électrique : déterminer la force électromotrice d'une pile [PSI]
- ▷ LC27 Conversion d'énergie électrique en énergie chimique : déterminer le rendement faradique d'un électrolyseur [PSI]
- ▷ LC28 Cinétique électrochimique : tracer une courbe i-E [PSI]

### V.1 Diagrammes E-pH

#### 60 Titrage du d'oxygène dissous dans l'eau du réseau (méthode de Winkler)

**Source :** Cachau, *Redox*, 3 F.16 (p. 413) ;

**Mots-clefs :** titrage|colorimétrique, titrage|en retour, titrage|redox, dioxygène, diagramme E-pH, méthode de Winkler,

**Produits :**

- ▷ Sulfate de manganèse ( $\text{MnSO}_4, 4\text{H}_2\text{O}$ ), 0,5g
- ▷ Hydroxyde de sodium ( $\text{NaOH}$ ) 0,5g
- ▷ Acide sulfurique ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) à  $9 \text{ mol.L}^{-1}$  2 mL
- ▷ Iodure de potassium ( $\text{KI}$ ) 0,2 g
- ▷ Thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}_{(\text{s})}$ ) 0,3g
- ▷ Iodate de potassium à  $3,0 \cdot 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$
- ▷ Empois d'amidon

**Matériel :**

- ▷ Balance de précision, coupelle
- ▷ Entonnoir à solides
- ▷ Agitateur magnétique, barreau aimanté
- ▷ Béchers
- ▷ 2 fioles jaugées de 100 mL
- ▷ 2 pipette jaugée de 25 mL
- ▷ 1 éprouvette de 10 ml
- ▷ Erlen de 250 mL avec un gros bouchon (volume de 10 ml au moins)

**Compétences expérimentales illustrables :** –pesée de précision -dilution -titrage colorimétrique



### Protocole • En préparation

- ▷ Préparation de 100 mL de solution à  $0,012\text{mol.L}^{-1}$  de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )
- ▷ Peser précisément 0,300 g de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3, 5\text{H}_2\text{O}$ )
- ▷ Introduire ce prélèvement dans une fiole jaugée de 100 mL
- ▷ Compléter par de l'eau distillée en rinçant les instruments utilisés pour le prélèvement (coupelle, entonnoir à solide)
- ▷ Prélever 25,0 mL de cette solution avec une pipette jaugée et l'introduire dans la seconde fiole jaugée de 100 mL
- ▷ Compléter avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge pour obtenir une solution à  $3,00\text{mmol.L}^{-1}$
- ▷ Étalonnage de la solution en thiosulfate. Pour les plus motivés se référer au mode opératoire de la fiche 3.B.3 (p 127) du même livre
- ▷ Préparation du titrage
  - Mettre un barreau dans un erlen de 250 mL
  - Y ajouter : 0,5 g de sulfate de manganèse, 0,5 g d'hydroxyde de sodium (soude) et 0,2 g d'iodure de potassium
  - Remplir complètement l'ermenmeyer afin de le boucher rapidement sans emprisonner de bulles d'air
  - laisser sous agitation 30 min
  - Ajouter rapidement après avoir enlevé le bouchon les 5 mL d'acide sulfurique et laisser sous agitation jusqu'à ce que la solution devienne limpide (elle reste colorée malgré tout)

### Protocole • Pendant la leçon

- ▷ Éventuellement remonter la préparation du titrage
- ▷ Titration en retours
  - Préparer la burette en y plaçant la solution diluée en thiosulfate, faire le zéro en enlevant bien les bulles d'air
  - Prélever 25 mL de solution à la pipette jaugée et les verser dans le becher sous la burette
  - Titration la solution, quand elle est proche de l'équivalence ("jaune paille") ajouter éventuellement 1 mL d'empois d'amidon environ pour mieux voir l'équivalence

### Remarques :

- ▷ La principale difficulté de ce protocole est la réaction avec le dioxygène. Il ne doit pas y avoir de bulles d'air ce qui impose de remplir complètement l'ermenmeyer ce qui n'est pas conventionnel (prévoir un cristalliseur dessous si ça déborde)
- ▷ Il est important de choisir un gros erlenmeyer avec un gros bouchon car on doit y ajouter rapidement de l'acide très concentré alors qu'il est sensé être plein à

ras-bords.

- ▷ Le protocole propose de titrer la solution titrante en thiosulfate. Cela ajoute une manipulation plutôt longue est pas très utile. Dans le cadre d'une leçon on peut s'en passer au prix d'une précision un peu moindre.
- ▷ Pour l'eau de Montrouge on a mesuré un volume équivalent de 5,1 mL

## V.2 Conversion d'énergie

### ⚠ 61 La pile Daniell : the best – the incontournable

**Source :** Cachau, *Redox*, 3 D.9 (pp. 243–247) ; Le Maréchal, *Chimie Générale*, 14.1.1 (p. 190) ;

**Mots-clefs :** pile, oxydoréduction, cuivre, zinc, pile Daniell, Daniell (pile),

#### **Produits :**

- ▷ sulfate de cuivre  $\text{CuSO}_4$  (0.1 M)
- ▷ sulfate de zinc  $\text{ZnSO}_4$  (0.1 M)
- ▷ soude  $\text{NaOH}$  (1 M)
- ▷ ammoniac  $\text{NH}_3$  (1 M)
- ▷ plaques de cuivre et de zinc

#### **Matériel :**

- ▷ 2 béchers de 150 mL
- ▷ 2 éprouvette de 50 mL
- ▷ 2 éprouvettes de 10 mL
- ▷ pont salin
- ▷ fils électriques + pince-croco
- ▷ 2 multimètres (ou un voltmètre + 1 ampèremètre)
- ▷ une résistance variable

#### **Protocole** ● En préparation — Réalisation de la pile

- ▷ verser dans un bécher, 50 mL de solution de sulfate de cuivre y ajouter la plaque de cuivre
- ▷ verser dans un bécher, 50 mL de solution de sulfate de zinc y ajouter la plaque de zinc
- ▷ brancher le voltmètre entre les deux plaques

#### **Protocole** ● Pendant la leçon — démo pile

- ▷ ajouter le pont salin
- ▷ mesurer la différence de potentiel

#### **Protocole** ● Pendant la leçon — influence de la complexation

- ▷ à réaliser sous hotte
- ▷ à la pile Daniell réalisée, ajouter dans la solution de cuivre 10 mL de la solution d'ammoniac

- ▷ observer la modification de la f.é.m de la pile

**Protocole ●** Pendant la leçon — influence de la précipitation

- ▷ à réaliser sous hotte
- ▷ à la pile Daniell réalisée, ajouter dans la solution de cuivre de la solution de soude (jusqu'à précipitation,  $\text{pH} \sim 8$ )
- ▷ observer la modification de la f.é.m de la pile

**Protocole ●** Pendant la leçon — détermination de la résistance interne de la pile

- ▷ qualitativement : rajouter un ou deux ponts salin et mesurer la ddp et/ou le courant
- ▷ en parallèle du voltmètre, brancher un ampèremètre avec une résistance variable
- ▷ mesurer la tension au borne de la pile en fonction de  $i$  (en faisant varier la résistance)

**Remarques**

**🔪 62 Electrolyse de l'eau**

**Source :** Mesplède, *100 manipulations de chimie*, M50 (p. 154) ;

**Mots-clefs :** electrolyse, courbes intensité-potentiel, constante de Faraday, rendement faradique, oxydoréduction,

**Produits :**

- ▷ Solution d'acide sulfurique à 1M

**Matériel :**

- ▷ Cuve à électrolyse avec électrodes en platine
- ▷ Générateur de courant, voltmètre, ampèremètre
- ▷ Tubes à gaz gradués

**Compétences expérimentales illustrables :** -Montage électrique -Calcul d'un rendement


**Protocole ●** En préparation

- ▷ Remplir la cuve avec la solution d'acide sulfurique
- ▷ Remplir les tubes d'eau distillé
- ▷ Retourner les tubes pour les placer dans la cuve sans trop renverser d'eau

**Protocole ●** Pendant la leçon

- ▷ Fermer le circuit, et appliquer un courant
- ▷ Tracer la courbe  $i - E$ , ou simplement calculer le rendement à  $i$  fixé
- ▷ On peut faire un test de flamme sur le tube contenant du dihydrogène

## Remarques

- ▷ Le test de flamme ne marche pas avec le dioxygène
- ▷ il est très facile de mettre de l'acide partout en renversant les tubes (!?)
- ▷ la courbe  $i$  e n'est pas très belle
- ▷ voir  5 pour une approche qualitative

## 63 Étude de l'accumulateur au plomb

**Source :** Daumarie, *Florilège de chimie pratique*, p. 261 ;

**Mots-clefs :** accumulateur, énergie électrique, plomb, acquisition numérique,

### Produits :

- ▷ Sulfate de plomb  $\text{PbSO}_4$
- ▷ Acide sulfurique concentré  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (5M par exemple)
- ▷ Acide chlorhydrique  $\text{HCl}$  (0,10 mol/L)

### Matériel :

- ▷ 1 bécher 500mL
- ▷ 2 électrodes en plomb
- ▷ 1 fiole jaugée de 50mL
- ▷ 2 pinces crocodiles et fils électriques
- ▷ 1 DEL
- ▷ 1 ampèremètre
- ▷ 1 Alimentation
- ▷ 1 support statique + pinces
- ▷ résistances (1 à 10 Ohms)
- ▷ 1 carte d'acquisition LatisPro

## Compétences expérimentales illustrables :

- ▷ acquisition numérique
- ▷ circuit électrique
- ▷ analyse de courbes

## Protocole ● En préparation

- ▷ Laver les électrodes au  $\text{HCl}$
- ▷ Préparer une solution d'acide sulfurique et de sulfate de plomb
- ▷ plonger les électrodes et former le circuit électrique
- ▷ Charger l'accumulateur en envoyant 2V dans le circuit pendant 10 minutes

## Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ Couper l'alimentation
- ▷ Prendre l'intensité avec un ampèremètre jusqu'à ce que le courant soit quasi nul (200s environ)
- ▷ Alternativement, prendre l'intensité automatiquement aux bornes d'une résistance à l'aide d'une carte d'acquisition LatisPro

- ▷ Utiliser l'aire sous la courbe pour déterminer la capacité de la pile

### Remarques :

- ▷ Si pas d'acquisition numérique possible pas grave : faire une moyenne grossière du courant durant le temps de la décharge et intégrer à l'arrache. Avoir la méthode numérique en tête pour les questions.

## V.3 Courbes intensité-potentiel

### ⚠ 64 Evolution des courbes intensité au cours d'un titrage

**Source :** Mesplède, *100 manipulations de chimie*, M60 (pp.170–171) ;

**Mots-clefs :** courbes intensité-potentiel, titrage!potentiométrique, titrage!re-dox,

#### Produits :

- ▷ iodure de potassium KI (0.1 M)
- ▷ sulfate de cérium  $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$  (0.1 M)
- ▷ acide perchlorique  $\text{HClO}_4$  (1 M)
- ▷ thiosulfate de sodium  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$  (1 M)

#### Matériel :

- ▷ montage à 3 électrodes :  
travail : platine  
contre-électrode : platine  
référence : ECS
- ▷ potentiostat + interface
- ▷ burette de 25 mL + support
- ▷ agitateur magnétique + barreau
- ▷ 2 grands béchers
- ▷ petits bécher
- ▷ éprouvettes graduées
- ▷ pipette graduée de 5 mL

### Protocole ● En préparation

- ▷ remplir la burette de sulfate de cérium
- ▷ dans le grand bécher, mettre 3 mL de KI, 10 mL d'acide et 40 mL d'eau

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ balayer de -1200 mV à 1200 mV
- ▷ refaire après avoir ajouté 1,2–6 mL de solution de cérium

### Protocole ● Traitement des déchets

- ▷ traiter le diode formé au thiosulfate dans le gros bécher poubelle avant de jeter le tout

## ⚠ 65 Synthèse de l'eau de javel par électrolyse

**Source :** Cachau, *Redox*, Ch. 3 E.1 pp.337–339 ;

**Mots-clefs :** eau de javel, électrolyse, surtension, courbes intensité-potentiel, synthèse inorganique,

### **Produits :**

- ▷ Solution de NaCl à 5 M
- ▷ (Test qualitatif) Solution de KI à 0.1 M

### **Matériel :**

- ▷ Bécher de 250 mL
- ▷ Agitateur magnétique
- ▷ Cristalliseur de bain de glace (éventuellement thermomètre)
- ▷ Générateur de courant (éventuellement ampèremètre et voltmètre)
- ▷ Électrode de graphite, électrode de fer
- ▷ Chronomètre
- ▷ (Test qualitatif) Tube à essai, pipette pasteur

### **Protocole ● En préparation**

- ▷ Préparer tout (cf source pour le schéma de montage et les recommandations pratiques)

### **Protocole ● Pendant la leçon**

- ▷ Faire la synthèse (10-15 min)
- ▷ (Test qualitatif) Faire le test au KI. L'iode est oxydée en diiode à la coloration jaune-brune.

### **Protocole ● Traitement des déchets**

- ▷ (Test qualitatif) Utiliser du thiosulfate de sodium pour neutraliser le diiode.

### **Remarques**

Attention à ne pas projeter d'eau de javel sur les vêtements du jury qui risque d'être chafouin.

Il est possible de titrer l'eau de javel obtenue et d'évaluer le rendement de la synthèse (cf. ⚠ 41).

Pour une étude du rendement, bien travailler à intensité constante et noter la durée de la synthèse.

## V.4 Corrosion

### 66 Corrosion du fer

**Source :** Cachau, *Redox*, pp.166–173 ;

**Mots-clefs :** oxydoréduction, corrosion humide, fer, métaux, anode sacrificielle,

**Produits :**

- ▷ solution de chlorure de sodium à env. 3% (soit 1.7 M)
- ▷ solution d'hexacyanoferrate(III)  $K_3[Fe(CN)_6]$  à 0.1 M
- ▷ solution d'acide chlorhydrique commerciale
- ▷ agar-agar

**Matériel :**

- ▷ assez gros bécher (genre 250 mL)
- ▷ éprouvette graduée de 50 mL
- ▷ tube à essai
- ▷ grande boîte de pétri
- ▷ plusieurs clous de fer
- ▷ fil de cuivre
- ▷ barre de zinc
- ▷ ruban de manganèse
- ▷ plaque de fer

**Protocole • En préparation**

- ▷ dans le grand bécher, verser 100 mL de la solution saline avec quelques gouttes de phénolphtaléine et 1 mL de la solution d'hexacyanoferrate(III) => solution S
- ▷ pour réaliser un gel avec la solution précédente, y ajouter à la solution 3 g d'agar-agar, porter à ébullition => solution S'
- ▷ (Adapter ici les quantités de chaque solution au manip que l'on veut présenter)

**Protocole • En préparation — goutte d'Evans**

- ▷ déposer une goutte de la solution S' sur la plaque de fer
- ▷ laisser reposer pendant au moins une vingtaine de minutes

**Protocole • En préparation — anode sacrificielle**

- ▷ verser la solution S' dans la boîte de pétri
- ▷ placer un clou seul, un clou en contact avec le zinc, un clou enroulé avec un fil de cuivre et un clou enroulé avec le ruban de manganèse
- ▷ laisser reposer au moins une vingtaine de minutes

**Protocole • Pendant la leçon — démo rapide**

- ▷ dans un tube à essai verser la solution S réalisée en préparation, y plonger un clou et ajouter quelques gouttes d'acide pour favoriser la réaction


**Protocole ●** Pendant la leçon — goutte d'Evans

- ▷ présenter la plaque avec la goutte
- ▷ (pour les interprétations des couleurs, cf le bouquin)

**Protocole ●** Pendant la leçon — anode sacrificielle

- ▷ présenter la boîte de Pétri (éventuellement avec la flexcam)
- ▷ (pour les interprétation cf le bouquin)

**Remarques**

- ▷  Attention : ne pas décaper les clous en fer sinon ils vont réagir un peu n'importe comment sur toute leur longueur et on ne voit plus rien



# VI Chimie organique

## Leçons correspondantes

- ▷ LC22 Synthèse de molécules naturelles : réaliser un montage à reflux [2nde]
- ▷ LC31 Synthèse, traitement et caractérisations : réaliser une filtration sous vide [1ère spé]
- ▷ LC13 Stratégies en synthèse organique : mettre en oeuvre un protocole de synthèse visant à optimiser le rendement et/ou la vitesse d'une réaction chimique [Tle spé]
- ▷ LC10 Synthèse, purification et contrôle de pureté d'une espèce chimique organique liquide : réaliser une CCM [1ère STL SPCL]
- ▷ LC34 Réactivité en chimie organique : réaliser une synthèse illustrant une réactivité donnée [1ère STL SPCL]
- ▷ LC03 Structure spatiale des molécules : différencier deux stéréoisomères par leurs propriétés physiques [1ère/Tle STL]
- ▷ LC09 Synthèse chimique : aspect macroscopique et mécanismes réactionnel : interpréter la sélectivité d'une réaction réalisée par la stabilité des intermédiaires réactionnels [Tle STL SPCL]
- ▷ LC37 Réactivité des alcools et dérivés d'acide : réaliser un montage de Dean-Stark [Tle STL SPCL]

## VI.1 Substitutions nucléophiles

### 67 Substitution nucléophile monomoléculaire

**Source :** Porteu, *L'épreuve orale du CAPES*, 8.1.3 pp. 294–297 ;

**Mots-clefs :** synthèse, substitution,

**Produits :**

- ▷ 2-méthylpropan-2-ol (ou tert-butanol)
- ▷ acide chlorhydrique concentré 30 à 36% HCl
- ▷ hydrogénocarbonate de sodium  $\text{NaHCO}_3$  à 5% dans l'eau
- ▷ sulfate de magnésium anhydre  $\text{MgSO}_4$
- ▷ nitrate d'argent  $\text{AgNO}_3$  à 2% dans l'éthanol

**Matériel :**

- ▷ 2 erlenmeyer de 100 mL
- ▷ 1 réfrigérant à air fixable sur l'erlenmeyer
- ▷ 1 support
- ▷ 1 agitateur magnétique
- ▷ 1 ampoule à décanter + support
- ▷ 1 entonnoir + papier filtre
- ▷ éprouvette de 10 et 25 mL

**Protocole • En préparation**

- ▷ fixer l'erenmeyer sur un support
- ▷ sous la hotte y introduire 10 mL de 2-méthylpropan-2-ol et 25 mL d'acide chlorhydrique concentré
- ▷ boucher l'eren avec le réfrigérant à air
- ▷ agiter vigoureusement pendant 2 minutes, puis doucement pendant dix minutes au total
- ▷ transvaser le mélange obtenu dans l'ampoule à décanter
- ▷ éliminer la phase aqueuse inférieure blanche opaque
- ▷ laver la phase organique restante avec 10 mL d'une solution de  $\text{NaHCO}_3$  à 5 % (5 g de  $\text{NaHCO}_3$  dans 100 mL d'eau)
- ▷ récupérer la phase organique, la sécher en y ajoutant une spatule de  $\text{MgSO}_4$  anhydre
- ▷ filtrer en récupérant le filtrat
- ▷ introduire 2 mL de nitrate d'argent dissous dans l'éthanol dans un tube à essai

**Protocole • Pendant la leçon**

- ▷ introduire quelques gouttes du liquide organique dans le tube à essai
- ▷ observer la formation d'un précipité blanc ( $\text{AgCl}$ )

**Remarques**

Il faut vraiment de la soude très concentrée, sinon l'équilibre de la réaction n'est pas déplacé et on n'a pas formation du 2-chloro-2-méthylpropane.

## VI.2 Réactions sur les dérivés d'acide

### ⚠ 68 Déplacement d'équilibre (synthèse de l'ester de banane)

**Source :** Hatier, *Physique-Chimie T<sup>ale</sup> spé*, 2012, p.261 ;

**Mots-clefs :** synthèse, ester, estérification, Dean-Stark, déplacement d'équilibre, banane, arôme, produit alimentaire,

**Produits :**

- ▷ APTS (Acide ParaToluèneSulfonique)
- ▷ 3-méthylbutan-1-ol ( $C_5H_{12}O_{2(l)}$ )
- ▷ Cyclohexane
- ▷ acide éthanoïque ( $C_2H_4O_{2(l)}$ )
- ▷ pierre ponce

**Matériel :**

- ▷ chauffe ballon agitateur
- ▷ ballon monocol
- ▷ Dean-Stark
- ▷ réfrigérant à boules
- ▷ erlenmeyers, bêchers
- ▷ 2 supports élévateurs
- ▷ potences
- ▷ 2 pinces 3 doigts et 2 pinces 2 doigts

### Compétences expérimentales illustrables

- Utilisation d'un Dean-Stark

#### Protocole ● En préparation

- ▷ Monter le Dean-Stark
- ▷ Remplir le Dean-Stark de cyclohexane jusqu'à ce qu'il atteigne le bord (mettre en bêcher pour récupérer un éventuel surplus là où devra ensuite se fixer le ballon)
- ▷ fixer le réfrigérant et le connecter à l'alimentation en eau
- ▷ Préparation du milieu réactionnel ; introduire dans le ballon :
  - 8,5 ml d'acide éthanoïque
  - 13 ml de 3-méthylbutan-1-ol
  - 10 ml de cyclohexane
  - une pointe de spatule d'APTS
  - (2 grains de pierre ponce)
- ▷ fixer le ballon au Dean-Stark

#### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ Lancer le chauffage en montant le chauffe-ballon avec le support élévateur (toujours prévoir une bonne hauteur pour pouvoir couper rapidement le chauffage en baissant le support)

- ▷ Mesurer la quantité d'eau produite à la fin de la réaction (à ce moment le niveau de l'eau dans le Dean-Stark ne monte plus) afin de calculer le rendement
- ▷ humer la (bonne) odeur de banane dans le ballon

#### Remarques :

- ▷ Ne pas se fier au montage du livre mais bien suivre celui des techniques expérimentales de Chimie surtout en ce qui concerne les fixations
- ▷ On peut remplacer la pierre ponce par un barreau si on dispose d'un chauffe-ballon agitateur
- ▷ il est difficile de caractériser la pureté du produit obtenu car il est invisible aux UV en CCM (peut-être qu'il serait visible en utilisant du permanganate?)
- ▷ Il pourrait être intéressant de montrer que ce qui tombe dans le Dean-Stark contient de l'eau en utilisant du sulfate de cuivre anhydre

### 69 Synthèse de l'aspirine

**Source :** le-marechal-orga-mineral , pp. 151 –155 ;

**Mots-clefs :** synthèse, rendement, solide, pureté, acide acétylsalicylique, chauffage à reflux, CCM, estérification, ester, produits de la santé,

#### Produits :

- ▷ acide salicylique  $C_7H_6O_3$   $M = 138,1 \text{ g.mol}^{-1}$
- ▷ anhydride éthanoïque  $C_4H_6O_3$   
 $M = 102,1 \text{ g.mol}^{-1}$ ,  $d = 1,09$
- ▷ acide sulfurique concentré  $H_2SO_4$

#### Matériel :

- ▷ ballon de 100mL
- ▷ réfrigérant
- ▷ Bécher de 250mL
- ▷ Filtre Büchner et pompe à vide ou trompe à eau
- ▷ Banc Köfler
- ▷ Matériel pour la CCM : plaque de silice, piluliers et capillaires, cuve à élution

#### Protocole ● En préparation

- ▷ Introduire dans le ballon 5,0 g (36mmol) d'acide salicylique
- ▷ Ajouter 7 à 8 mL d'anhydride éthanoïque et quelques gouttes d'acide sulfurique concentré
- ▷ Chauffer à reflux au bain-marie à  $70^\circ\text{C}$  pendant 15 minutes
- ▷ Laisser refroidir le mélange avant de le verser dans un bécher plein d'eau glacée sous agitation
- ▷ Filtrer sur Büchner
- ▷ Recristallisation possible dans un mélange eau/éthanol (plutôt que eau méthanol)

en proportion 1/5

- ▷ Laisser refroidir lentement, filtrer à nouveau
- ▷ Température de fusion au banc Köfler  $\theta_{th} = 158/160^{\circ}\text{C}$
- ▷ CCM du produit synthétisé, du produit pur commercial et de l'acide salicylique dans un mélange 6/4/1 de cyclohexane/acide acétique/acide méthanoïque. Mélange très différent du protocole de la réf mais fonctionne bien

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ En fonction du titre, s'arrêter avant l'étape qui sera intéressante par exemple faire la filtration devant le jury, la CCM ou bien le point de fusion

## 🔪 70 Synthèse du paracétamol (Doliprane)

**Source :** Ressource Eduscol , PDF : Exemple d'activités de classe - Sélectivité et chimiosélectivité ;

**Mots-clefs :** synthèse, paracétamol, sélectivité, amide, anhydride, CCM, amidification, produits de la santé, amidification, amine,

### Produits :

- ▷ Paraaminophénol
- ▷ Anhydride éthanoïque
- ▷ Solution d'acide éthanoïque à 2 mol/L
- ▷ Acétate de butyle
- ▷ Cyclohexane
- ▷ Acide formique
- ▷ Acétone

### Matériel :

- ▷ chauffe ballon agitateur
- ▷ ballon bicol
- ▷ ampoule de coulée
- ▷ réfrigérant à boules
- ▷ béchers
- ▷ pompe à vide
- ▷ 1 support élévateurs
- ▷ un clips
- ▷ potences
- ▷ pinces 3 doigts et pinces 2 doigts
- ▷ baguette de verre
- ▷ plaque de CCM
- ▷ capillaires
- ▷ pilluliers
- ▷ bocal ou autre contenant pour CCM

### Compétences expérimentales

- Pipetage - Séchage / Extraction - Recristallisation - Caractérisation/Analyse de pureté/ Banc Köfler

## Protocole ● Synthèse

- ▷ fixer le ballon bicol
- ▷ fixer le réfrigérant et le connecter à l'alimentation en eau
- ▷ clipser l'ampoule de coulée au ballon bicol
- ▷ préparation du milieu réactionnel ; introduire dans le ballon :
  - 2,72g de paraaminophénol
  - 20 ml de solution d'acide éthanoïque à 2mol/L
  - une pointe de spatule d'APTS
  - une olive
- dans l'ampoule de coulée, verser 3,5mL d'anhydride éthanoïque (veiller à ce qu'elle soit fermée)
- ▷ relier ballon et réfrigérant
- ▷ lancer le chauffage et l'agitation jusqu'à dissolution du solide
- ▷ laisser refroidir un peu puis ajouter l'anhydride
- ▷ chauffer environ 5-10 minutes sous agitation
- ▷ refroidir au bain de glace
- ▷ ATTENTION : retard à la précipitation possible : gratter le fond du ballon avec une baguette de verre pour ajouter des aspérités dans le milieu et lancer la précipitation
- ▷ filtrer sur Büchner (cf. Florilèges)

## Protocole ● Pour une CCM :

- ▷ Préparer l'éluant : acétate de butyle, cyclohexane, acétone, acide formique (dans les proportions 6/4/1,5/1 en volume)
- ▷ verser un fond d'éluant dans la cuve
- ▷ fermer le couvercle
- ▷ préparer des pilluliers
  - éluant + doliprane industriel
  - éluant + produit
  - éluant + paraaminophénol
- ▷ se révèle à l'UV (254 nm )

## Protocole ● Pour une recristallisation :

- ▷ réaliser l'extraction
- ▷ nettoyer la verrerie, et réitérer le montage
- ▷ verser de l'eau dans l'ampoule de coulée (veiller à ce qu'elle soit fermée)
- ▷ verser le solide obtenu après séchage avec très (très) peu d'eau
- ▷ chauffer
- ▷ ajouter lentement l'eau pour dissoudre le solide avec un minima de solvant

**Protocole** ● Pour le banc Kofler :

- ▷ T<sub>fusion</sub>(paracétamol) : 171°C

## 71 Saponification de l'huile d'olive

**Source** : Blanchard, *Chimie organique*, §III.1 (p. 322) ;

**Mots-clefs** : saponification, ester, acide gras, huile d'olive, produits alimentaires, produits du quotidien,

### Produits :

- ▷ huile alimentaire (olive)
- ▷ soude (10 M)
- ▷ chlorure de sodium (saturé)

### Matériel :

- ▷ chauffe ballon agitateur + barreau
- ▷ ballon monocol 250 mL
- ▷ réfrigérant à boules
- ▷ potence + noix + pinces
- ▷ baguette de verre
- ▷ filtre buchner
- ▷ verre à pied-

**Protocole** ● En préparation

- ▷ faire un montage à reflux
- ▷ dans le ballon, introduire 20 mL de soude et 10 g d'huile d'olive

**Protocole** ● Reflux

- ▷ porter à reflux pendant 25 minutes
- ▷ les gouttes d'huiles disparaissent petit à petit

**Protocole** ● Traitement en fin de synthèse

- ▷ préparer un verre à pied contenant 100 mL de solution saturée de NaCl froide
- ▷ verser le contenu du ballon dans le verre à pied  $\Rightarrow$  le savon précipite

**Protocole** ● Purification

- ▷ racler le savon à l'aide d'une baguette de verre
- ▷ filtrer et laver le produit avec  $2 \times 10$  mL d'eau froide
- ▷ faire sécher à l'étuve

**Remarques**

Une version expresse est donnée en source mais c'est moins élégant.

## VI.3 Réaction sur les H en $\alpha$

### 72 Synthèse de l'arôme de cannelle

**Source** : <https://leonardvinci.e-monsite.com/medias/files/macro-micri.pdf> ;

**Mots-clefs** : synthèse, optimisation, rendement, extraction liquide-liquide, aldéhyde, aldolisation, crotonisation, énone,

**Produits :**

- ▷ 10 mL de benzaldéhyde
- ▷ 15 mL de soude (2 M)
- ▷ 6 mL d'éthanal

**Matériel :**

- ▷ ballon bicol 100 mL
- ▷ chauffe-ballon à agitation magnétique
- ▷ réfrigérant à boule
- ▷ ampoule de coulée
- ▷ olive aimantée
- ▷ ampoule à décanter
- ▷ erlenmeyer 50 mL
- ▷ Büchner et trompe à eau

#### Protocole ● En préparation

- ▷ Dans un ballon bicol surmonté d'un réfrigérant à boules, d'une ampoule de coulée et muni d'une agitation magnétique, introduire 10,0 mL de benzaldéhyde (prélevé sous la hotte) et 15 mL d'hydroxyde de sodium à  $2,0 \text{ mol.L}^{-1}$
- ▷ Placer le ballon dans un cristallisateur avec de la glace et mettre en marche l'agitation.
- ▷ Ajouter, à l'aide de l'ampoule de coulée, 6,0 mL d'éthanal tout en agitant pendant 10 min.
- ▷ Retirer l'ampoule de coulée et la remplacer par un thermomètre. Enlever également l'eau froide contenue dans le cristallisateur, la remplacer par de l'eau à température ambiante.
- ▷ Mettre en route le chauffe-ballon et l'agitation de manière à atteindre une température de  $40^\circ\text{C}$  au sein du mélange réactionnel.
- ▷ Agiter le mélange à  $40^\circ\text{C}$  pendant 10 min.
- ▷ Arrêter le chauffage et laisser refroidir le contenu du ballon.
- ▷ Verser le mélange dans une ampoule à décanter.
- ▷ Ajouter au mélange 30 mL d'acide chlorhydrique dilué. Laisser décanter et éliminer la phase aqueuse.
- ▷ Laver la phase organique avec 20 mL d'eau distillée.
- ▷ Recueillir la phase organique dans un erlenmeyer et la sécher sur du sulfate de magnésium anhydre.




- ▷ Filtrer en recueillant le filtrat dans un flacon propre et sec (préalablement pesé).
- ▷ Peser le produit brut obtenu.

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ présenter l'équation de synthèse de la réaction
- ▷ présenter le montage expérimental de synthèse
- ▷ lancer le chauffage ou le filtrage en fonction de ce que l'on veut montrer

### Remarques

Protocole non testé mais proposé en correction de la LC09. On peut ensuite réaliser l'expérience  75, mais avec la cinnamaldéhyde à la place de l'acide cinnamique.

## 73 Synthèse d'une molécule colorée : l'indigo

**Source :** Le Maréchal, *Chimie Organique et Minérale*, pp. 136 –139 ;

**Mots-clefs :** synthèse, pigment, indigo, filtrage Buchner, couleur, spectrophotométrie UV-visible, aldolisation, aldéhyde,

### Produits :

- ▷ 2-nitrobenzaldéhyde (solide)
- ▷ acétone
- ▷ soude à 1M

### Matériel :

- ▷ tube à essai
- ▷ pince deux doigts + noix + petite potence
- ▷ burette graduée (pas besoin d'une grande)
- ▷ éprouvette de 10mL
- ▷ filtre Buchner (fritté si y en a qui sont déjà colorés, sinon avec papier filtre)
- ▷ étuve
- ▷ cristalliseur + glace (car réaction exothermique)

### Protocole ● En préparation

- ▷ peser 0.5g de 2-nitrobenzaldéhyde
- ▷ dans un tube à essai le dissoudre partiellement avec 5mL d'acétone (prélever à l'éprouvette : réactif en excès)
- ▷ remplir la burette avec de la soude (on veut verser 2.5mL donc pas nécessaire de la remplir en entier)
- ▷ fixer le tube avec une pince puis ajouter goutte à goutte (avec la burette) 2.5mL de soude

- ▷ laisser réagir pendant 5 min (la solution va chauffer et peut bouillir, avoir de la glace à proximité)
- ▷ filtrer sur Buchner
- ▷ laver précipité avec env. 10 mL d'eau puis env. 10 mL d'éthanol
- ▷ sécher à l'étuve ( $T_f = 360^\circ\text{C}$  donc on peut mettre l'étuve fort)

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ On peut effectuer un bout du protocole de synthèse devant le jury, puis utiliser l'échantillon obtenu en préparation pour la caractérisation
- ▷ caractérisation de l'indigo au spectrophotomètre en le solubilisant dans du dichlorométhane (attention ne pas mettre beaucoup d'indigo sinon trop opaque pour spectro)

### Protocole ● Vaisselle

- ▷ nettoyage à l'éthanol en frottant bien avec une brosse pour le fond

### Remarques

#### 74 Coloration d'un tissu à l'indigo

**Source :** Le Maréchal, *Chimie Organique et Minérale*, pp.136–139 ;

**Mots-clefs :** pigment, indigo, couleur, coloration,

#### **Produits :**

- ▷ indigo (cf. synthèse ci-dessus)
- ▷ dithionite de sodium (solide)
- ▷ soude en pastille

#### **Matériel :**

- ▷ éprouvette de 50 mL
- ▷ erlenmeyer de 100 mL
- ▷ agitateur magnétique chauffant
- ▷ barreau magnétique
- ▷ tissu blanc à colorer

### Protocole ● En préparation

- ▷ peser 0.5 g de dithionite de sodium
- ▷ les dissoudre dans l'erlen avec 40 mL d'eau distillée
- ▷ ajouter pastille de soude
- ▷ chauffer jusqu'à ébullition
- ▷ peser 0.1 g d'indigo
- ▷ **retirer l'erlen du chauffage** et ajouter immédiatement l'indigo
- ▷ boucher l'erlenmeyer
- ▷ dissoudre l'indigo (Rq : pour le dissoudre on le fait passer ici sous forme de leuco indigo qui est jaune)

- ▷ si pas assez dissout, on peut rajouter du dithionite de sodium solide et remettre un peu à chauffer (attention à ne pas boucher l'ermeneyer si on chauffe!)

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ immerger le tissu dans l'ermen, reboucher et agiter pendant env. 30 s
- ▷ retirer le tissu et le laisser s'oxyder à l'air libre
- ▷ une fois bleui, le rincer à l'eau

### Remarques

Le dithionite dégage une odeur de soufre qui peut être désagréable + on chauffe jusqu'à ébullition, on peut donc éventuellement faire cette manip sous hotte (mais pas obligatoire)

## VI.4 Synthèses diverses

### 75 Hydro-halogénéation régiosélective

**Source :** Voir annexe compte-rendu LC 09 (activité STL SPCL) ; Ressources STL-SPCL : ch. 9, correction activité 3 ;

**Mots-clefs :** synthèse, optimisation, rendement, racémique, énantiomère, régiosélectivité, distillation fractionnée, CCM, halogènes, hydro-halogénéation, halogénéation,

#### Produits :

- ▷ 3 g d'acide cinnamique
- ▷ 20 mL d'éther diéthylique
- ▷ 10 mL d'une solution d'acide bromhydrique à 50%

#### Matériel :

- ▷ ballon monocol (large) de 100 mL
- ▷ réfrigérant à boule
- ▷ colonne de Vigreux
- ▷ chauffe-ballon à agitation magnétique
- ▷ olive aimantée
- ▷ polarimètre de Laurent
- ▷ Büchner et trompe à eau
- ▷ plaques CCM
- ▷ tubes capillaires pour CCM
- ▷ cuve CCM

### Protocole ● En préparation

- ▷ introduire les réactifs dans le ballon
- ▷ chauffer à reflux pendant 15 minutes
- ▷ passer alors à un montage de distillation fractionnée ( $\sim 33^\circ \text{C}$  en haut de la colonne)

- ▷ éliminer 25 mL du milieu
- ▷ refroidir, introduire 20 à 30 mL d'eau glacée
- ▷ filtrer sur Buchner
- ▷ laver deux fois les solides à l'eau glacer
- ▷ sécher à l'étuve à 100° C
- ▷ peser la masse du produit obtenu
- ▷ réaliser une CCM pour voir qu'on a deux produits
- ▷ dissoudre un peu de produit dans de l'éthanol et remplir la cuve du polarimètre
- ▷ préparer un nouveau ballon avec les réactifs

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ montrer la CCM réalisée en préparation
- ▷ mesurer au polarimètre qu'on a bien un mélange racémique

### Remarques

On s'était contenté d'éliminer 15 mL du milieu réactionnel pour aller plus vite (diminue le rendement).

## VI.5 Extractions

### ⚠ 76 Extraction du pigment rouge de paprika

**Source :** Capon, *Chimie des couleurs et des odeurs*, pp.31–37 ; ???,?? , pp.??–?? ;

**Mots-clefs :** paprika, produit du quotidien, produit alimentaire, pigment, CCM, filtrage Buchner, extraction,

#### Produits :

- ▷ dichlorométhane
- ▷ paprika en poudre

#### Matériel :

- ▷ ballon
- ▷ chauffe-ballon + pierre ponce
- ▷ réfrigérant à boules + tuyaux
- ▷ support élévateur
- ▷ balance + coupelle de pesée
- ▷ éprouvette graduée de 20 mL
- ▷ filtre Buchner + papier filtre

### Protocole ● En préparation

- ▷ peser 2 g de paprika
- ▷ les placer dans le ballon avec un peu de pierre ponce

- ▷ ajouter 20 mL de dichlorométhane
- ▷ porter à reflux durant 30 min
- ▷ filtrer sur Buchner (attention, pour humidifier le papier filtre, ne pas utiliser de l'eau ici) **pour récupérer le filtrat**
- ▷ placer dans l'évaporateur rotatif pour obtenir les pigments
- ▷ préparer cuve CCM avec un fond de dichlorométhane

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ On pourra réaliser un bout du protocole précédent, puis utiliser les pigments obtenus en préparation
- ▷ pour effectuer la CCM, dissoudre une pointe de spatule de pigment avec un peu de dichlorométhane

### Remarques

On avait pas réussi à obtenir le pigment sous sa forme solide, on sait pas trop pourquoi... mais pour faire la CCM ça marchait.

## 77 Extraction d'une huile essentielle par hydrodistillation

**Source :** Culture sciences chimie ;

**Mots-clefs :** hydrodistillation, distillation, hétéroazéotrope, huile essentielle,

### Produits :

- ▷ Fleurs de lavande (linalol) OU Citrons
- OU oranges (limonène)

### Matériel :

- ▷ Chauffe ballon chauffant agitateur
- ▷ Ballon bicol
- ▷ Ampoule de coulée
- ▷ Réfrigérant à eau coudé
- ▷ Erlenmeyer de récupération
- ▷ Verre de montre, couteau et entonnoir à solide

### Protocole ● En préparation

- ▷ Râper la partie superficielle extérieure d'une (si possible deux ou plus) écorce d'orange.
- ▷ Mettre dans le ballon avec de l'eau. Remplir l'ampoule de coulée d'eau
- ▷ Lancer le chauffage et l'agitation, stabiliser un reflux hardi mais modéré.
- ▷ Ajouter de l'eau si le ballon en manque.

**Protocole •** Pendant la leçon

- ▷ Exhiber le distillat biphasé.
- ▷ On peut ensuite extraire le limonène avec une extraction liquide–liquide (utiliser de l'éther ou du cyclohexane puis passer le tout au rotavap').

**Remarques**

D'après la street, ça ne marche pas bien avec la lavande. Par contre, avec les oranges c'est OK.

Ne râper que l'extérieur de l'écorce, sinon on prend du sucre et le tout caramélise dans le ballon.

Les quantités d'huile essentielle récupérées sont médiocres. Utiliser 2 à 4 oranges pour un meilleur résultat.

## VI.6 Polymères

### 78 Synthèse du nylon-6,10

**Source :** Le Maréchal, *Chimie Organique et Minérale*, p. 119 ;

**Mots-clefs :** polymérisation, nylon, polymère, produit du quotidien,

**Produits :**

- ▷ Chlorure de sébacoyl  $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{O}_2$
- ▷ Hexan-1,6-diamine  $\text{C}_6\text{H}_{16}\text{N}_2$
- ▷ Soude caustique  $\text{NaOH}_{(s)}$
- ▷ dichlorométhane

**Matériel :**

- ▷ petit cristalliseur
- ▷ 1 pipette graduée 1 mL + poire
- ▷ 2 éprouvettes en verre (20 mL)
- ▷ 2 coupelles à solides + spatules
- ▷ balance
- ▷ 1 petit bécher 50 mL
- ▷ baguette de verre
- ▷ pince

**Protocole •** En préparation

- ▷ Les volumes sont peu importants ici, mais vous pouvez chiader le tout
  - Solution 1 : 0.7 mL (3.3 mmol) de chlorure de sebacoyl dans 20 mL de dichlorométhane dans le petit cristalliseur
  - Solution 2 : 0.8 g (6.9 mmol) d'hexan-1,6-diamine et 0.28 g (7.0 mmol) de soude dans 20 mL d'eau distillée + quelques gouttes de phénolphtaléine

**Protocole ●** Pendant la leçon

- ▷ verser la solution 2 dans 1 délicatement sur les bords du critsallisoir  $\Rightarrow$  un film se forme à l'interface
- ▷ Tirer le film avec la pince et l'enrouler autour de la baguette
- ▷ Bien rincer le polymère si utilisation ultérieure
- ▷ On peut tester sa résistance à la traction

**Remarques**

Protocole illustratif : pas utilisé dans l'industrie

## VI.7 Biochimie

Leçons proposées :

- ▷ LC14 Molécules d'intérêt biologique : réaliser un protocole permettant de différencier aldéhyde et cétone [1ère ST2S]
- ▷ LC40 Biomolécules et énergies : réaliser l'hydrolyse d'un glucide complexe [1ère ST2S]
- ▷ LC42 Chimie et alimentation : doser une espèce chimique présente dans un produit phytosanitaire [1ère ST2S]
- ▷ LC43 Structure des protéines et des lipides : réaliser une saponification [Tle ST2S]
- ▷ LC45 Chimie et alimentation : déterminer la teneur en vitamine C d'un aliment ou d'un médicament [Tle ST2S]

Protocoles

Test qualitatifs : voir [▲ 14] et [▲ 15]

### ▲ 79 Les propriétés chimique de la vitamine C

**Source :** Nathan, *Physique-Chimie 1<sup>ère</sup> ST2S spé*, 2019, C. 13 p.185 ;

**Mots-clefs :** vitamine, permanganate, biomolécule, produit alimentaire,

**Produits :**

- ▷ comprimé de vitamine C 500 mg
- ▷ solution de permanganate de potassium
- ▷ eau distillée

**Matériel :**

- ▷ pipette pasteur
- ▷ tube à essai
- ▷ bécher 50 mL
- ▷ erlenmeyer graduée de 100 mL

#### Protocole ● En préparation

- ▷ broyer le comprimé au pilon
- ▷ dissoudre le broyat dans 100 mL d'eau (ça se dissout mal)
- ▷ mettre la solution de permanganate dans le tube à essai

#### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ mettre quelques gouttes de vitamine C dissoute dans le tube à essai

#### Remarques

L'ajout de vitamine C va décolorer la solution de permanganate, car on a formation d'ions manganèse



## 80 Hydrolyse de l'amidon

**Source :** Terrien, *Chimie du petit déjeuner*, pp. 55-57 ;

**Mots-clefs :** hydrolyse, amidon, biomolécule, sucre complexe, produit alimentaire,

### **Produits :**

- ▷ amidon de maïs
- ▷ iodure de potassium KI
- ▷ diiode I<sub>2</sub>
- ▷ solution d'acide chlorhydrique, 4 mol/L

### **Matériel :**

- ▷ 2 béchers de 100 mL
- ▷ 2 fioles jaugées de 100 mL
- ▷ 1 gros tube à essai
- ▷ 1 plaque chauffante et bain d'eau

### **Protocole** ● En préparation

#### ▷ Solution d'amidon :

dispenser 2 g d'amidon dans un peu d'eau froide

transvaser le mélange dans un bécher de 250 mL contenant 100 mL d'eau bouillante

laisser bouillir en agitant pendant 30 minutes

laisser refroidir et transférer dans un fiole jaugée de 100 mL et compléter avec de l'eau distillée

#### ▷ Solution de diiode :

dissoudre 1 g d'iodure de potassium dans un bécher de 100 mL contenant 50 mL d'eau distillée

transvaser la solution froide dans une fiole jaugée de 100 mL et compléter avec de l'eau distillée

### **Protocole** ● Pendant la leçon

▷ dans un gros tube à essai, introduire 0,5 mL de la solution de diiode, 7 mL d'acide chlorhydrique et 3 mL de la solution d'amidon

▷ chauffer le tube dans un bain d'eau bouillant

▷ observer la décoloration après environ 5 minutes

### **Remarques**

Ça n'avait pas marché quand Sergio avait essayé de la faire...

## ⚠ 81 Hydrolyse de la caséine

**Source :** Terrien, *Chimie du petit déjeuner*, pp. 63-65 ;

**Mots-clefs :** hydrolyse, protéine, biuret, caséine, biomolécule, produit alimentaire,

### **Produits :**

- ▷ caséine
- ▷ acide chlorhydrique concentré HCl, 12 mol/L
- ▷ charbon végétal Norit

### **Matériel :**

- ▷ ballon monocol de 100 mL
- ▷ réfrigérant à boule
- ▷ chauffe-ballon à agitation magnétique
- ▷ olive aimantée
- ▷ filtre papier + entonnoir + erlenmeyer 20 mL
- ▷ tube à essai

### **Protocole ● En préparation**

- ▷ introduire 0,5 g de caséine, 10 mL d'eau distillée et 10 mL d'acide chlorhydrique dans le ballon
- ▷ porter à reflux pendant 35 minutes, le mélange brunit
- ▷ laisser refroidir à température ambiante
- ▷ ajouter 0,5 g de charbon actif
- ▷ filtrer la solution

### **Protocole ● Pendant la leçon**

- ▷ présenter le montage à reflux
- ▷ réaliser le test du Biuret ⚠ 15

### **Remarques**

S'il n'y a pas de caséine disponible, on peut l'extraire du lait (cf. ⚠ 82) et ce n'est pas grave si elle n'est pas sèche, mais par contre il faut lancer l'extraction assez rapidement.

## 🧪 82 Extraction de la caséine du lait

**Source :** Terrien, *Chimie du petit déjeuner*, pp. 131–135 ;

**Mots-clefs :** extraction, caséine, protéine, biomolécule, produit alimentaire,

**Produits :**

- ▷ lait écrémé
- ▷ solution d'acide acétique à 10% en volume
- ▷ acétone

**Matériel :**

- ▷ bécher de 250 mL
- ▷ agitateur magnétique chauffant
- ▷ barreau magnétique
- ▷ papier pH
- ▷ gaze
- ▷ filtre Büchner et trompe à eau

### Protocole ● En préparation

- ▷ mettre 100 mL de lait dans le bécher
- ▷ chauffer à 40°C en agitant modérément
- ▷ ajouter goutte à goutte la solution d'acide acétique pour obtenir un pH de 4,6
- ▷ verser le lait caillé sur la gaze
- ▷ essorer le lait caillé
- ▷ essorer le lait caillé sur filtre Büchner
- ▷ récupérer le précipité dans un bécher et ajouter 10 mL d'acétone
- ▷ agiter et essorer à nouveau
- ▷ sécher la caséine en la pressant entre deux papiers absorbants
- ▷ normalement elle doit sécher 24h, mais osez si on en fait l'hydrolyse

### Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ Présenter la caséine obtenue ? Ici on l'extraie pour en faire l'hydrolyse

### Remarques

On obtient 17g de caséine sèche, donc forcément plus ici

## 🧪 83 Dégradation de l'ovalbumine

**Mots-clefs :** dégradation, ovalbumine, protéine, biomolécule, produit alimentaire,

**Produits :**

- ▷ Oeuf

**Matériel :**

- ▷ Tubes à essai
- ▷ Bouilloire

**Protocole ● En préparation**

- ▷ Casser l'oeuf, isoler le blanc
- ▷ Faire bouillir de l'eau

**Protocole ● Pendant la leçon**

- ▷ En mettant du blanc d'oeuf dans l'eau bouillante on le dégrade : il change de couleur et de texture.

# Références

- ANTCZAK, S. *Physique-Chimie T<sup>ale</sup> générale enseignement de spécialité*. Manuel. Hatier, 2012.
- AZAN, J-L. *Physique-Chimie pour la santé 1<sup>ere</sup> ST2S, enseignement de spécialité*. Manuel. Nathan, 2019.
- BARBE, R. et J.F.L. MARÉCHAL. *La chimie expérimentale 2 : CAPES et agrégation de sciences physiques. Chimie organique et minérale*. Dunod, 2007.
- BERNARD, A-S. *Technique de chimie expérimentale*. J'intègre (Paris). Dunod, 2018.
- BERNARD, L. *Physique-Chimie 1<sup>ere</sup> générale enseignement de spécialité*. Manuel. Nathan, 2019.
- BLANCHARD-DESCE, M. et B. FOSSET. *Chimie organique expérimentale*. Hermann, 1987.
- CACHAU-HERREILLAT, D. et M. LAFFITTE. *Des expériences de la famille acide-base : Réussir, exploiter et commenter 50 manipulations de chimie*. De Boeck Supérieur, 2009.
- *Des expériences de la famille Réd-Ox : Réussir, exploiter et commenter 55 manipulations de chimie*. De Boeck Supérieur, 2006.
- CALAFELL, J. *Physique-Chimie 1<sup>ere</sup> générale enseignement de spécialité*. Manuel. Hachette, 2019.
- CAPON, M., V. COURILLEAU-HAVERLANT et C. VALETTE. *Chimie des couleurs et des odeurs*. Cultures et techniques, 1993.
- DAUMARIE, F., P. GRIESMAR et S. SALZARD. *Florilège de chimie pratique*. Hermann, 2002.
- FOSSET, B., J.B. BAUDIN et F. LAHITÈTE. *Chimie tout-en-un PCSI*. J'intègre (Paris). Dunod, 2016.
- FOSSET, B., C. LEFROU et A. MASSON. *Chimie physique expérimentale*. Hermann, 2000.
- MARÉCHAL, J.F.L. et B. NOWAK-LECLERCQ. *La chimie expérimentale : CAPES et agrégation de sciences physiques. Chimie générale*. Dunod, 2004.
- MESPLÈDE, J. et J. RANDON. *100 manipulations de chimie générale et analytique*. Editions Bréal, 2004.
- PORTEU-DE BUCHÈRE, Florence. *L'épreuve orale du CAPES de chimie-3e éd. : Capes/Agrégation*. Dunod, 2008.
- RIENÀ, F. *Comment faire un spectacle de chimie ?* YOLO éditions, 1630.
- RUFFENACH, M. *Physique-Chimie T<sup>ale</sup>S*. Manuel. Bordas, 2012.
- TERRIEN, Marie et Josette FOURNIER. *Chimie du petit déjeuner*. Cultures et techniques, 1998.