

Protocoles de chimie utiles

Agrégation physique chimie option physique 2022

Table des matières

Index	4
1 Manipulations illustratives	9
1.1 Acide-base	9
🔪 1 Échelle de pH avec une infusion de choux rouge	9
1.2 Oxydoréduction	10
🔪 2 Comparaison des propriétés redox des halogènes	10
🔪 3 Propriétés acidobasiques et redox des alcalins et des alcalino-terreux	11
🔪 4 Le caméléon oxydoréducteur	12
🔪 5 Électrolyse d'une solution de sulfate de sodium : le papillon bleu	12
🔪 6 Arbre de Diane	13
1.3 Précipitation et complexation	14
🔪 7 Autour de l'ion cuivre (II)	14
1.4 Tests de caractérisation	15
🔪 8 Tests colorés de présence de cations métalliques	15
🔪 9 Tests de flamme	17
🔪 10 Tests caractéristiques de présence d'anions en chimie minérale	18
🔪 11 Test des alcools (Lucas)	19
🔪 12 Test des carbonyles à la 2,4-DNPH	20
🔪 13 Tests spécifiques des aldéhydes	21
🔪 14 Tests d'identification des protéines (Biuret)	22
🔪 15 Test d'identification des lipides (Soudan III)	23
1.5 Solvants et solutés	23
🔪 16 Un cocktail chimique coloré	23
🔪 17 Illustration de la différence mélange homogène/hétérogène	24
🔪 18 Transfert de phase du permanganate de potassium	24

1.6	⚠ 19	Séparation d'un mélange de colorants dans un sirop de menthe .	25
		Cinétique	25
	⚠ 20	Influence de la concentration sur la cinétique	25
	⚠ 21	Cinétique enzymatique	26
1.7		Thermochimie	27
	⚠ 22	Effet thermique de la dissolution	27
	⚠ 23	Expérience de la pluie d'or	28
	⚠ 24	Influence de la salaison sur la fusion de la glace	28
2		Chimie des solutions	30
		Liste des titrages par méthodes et réaction support	30
2.1		Dosages colorimétriques par étalonnage	31
	⚠ 25	Dosage du bleu brillant dans le curaçao	31
	⚠ 26	Dosage des ions permanganate contenus dans une solution de Dakin	31
2.2		Dosages conductimétriques par étalonnage	33
	⚠ 27	Dosage conductimétrique par étalonnage d'un sérum physiologique	33
2.3		Réactions acido-basiques	34
2.4		Titrages acido-basiques	36
	⚠ 28	Étalonnage de la soude au KHP	37
	⚠ 29	Titration d'une solution d'ammoniaque commerciale	38
	⚠ 30	Titration de l'acide éthanoïque dans le vinaigre	38
	⚠ 31	Dosage d'un acide animé : la glycine	39
2.5		Réactions d'oxydoréduction	41
	⚠ 32	Séparation sélective des ions Cu II et Fe III	41
2.6		Titrages redox	43
	⚠ 33	Titration du fer dans un produit commercial	43
2.7		Précipitation	44
2.8		Titration par précipitation	44
	⚠ 34	Titration conductimétrique d'un sérum physiologique	44
2.9		Réactions de complexation	45
	⚠ 35	Détermination de la constante de formation de l'ion tétraamminecuivre(II)	45
2.10		Titration par complexation	46
	⚠ 36	Dureté de l'eau	46
3		Chimie générale	47
3.1		Cinétique	48
	⚠ 37	Réaction des ions iodures avec les ions peroxodisulfate	48

3.2	Solvants et solutés	49
⚠ 38	Constante de partage du diode entre le cyclohexane et l'eau . .	49
4	Thermochimie	50
4.1	Enthalpie standard	50
⚠ 39	Exo/Endo-thermie : Expérience qualitative	50
⚠ 40	Chaleur de combustion	51
⚠ 41	52
4.2	Diagrammes binaires	53
⚠ 42	Courbes de réchauffement de mélanges eau/éthanol	53
⚠ 43	Courbe de refroidissement du mélange Sn/Pb	54
5	Électrochimie	55
5.1	Diagrammes E-pH	55
⚠ 44	Titration du d'oxygène dissous dans l'eau du réseau (méthode de Winkler)	55
5.2	Conversion d'énergie	57
⚠ 45	La pile Daniell : the best – the incontournable	57
⚠ 46	Electrolyse de l'eau	58
⚠ 47	Étude de l'accumulateur au plomb	59
5.3	Courbes intensité-potentiel	60
⚠ 48	Evolution des courbes intensité au cours d'un titrage	60
5.4	Corrosion	61
⚠ 49	Corrosion du fer	61
6	Chimie organique	63
6.1	Synthèses	63
⚠ 50	Déplacement d'équilibre (synthèse de l'ester de banane)	63
⚠ 51	Synthèse de l'arôme de cannelle	65
⚠ 52	Hydro-halogenation régiosélective	66
⚠ 53	Synthèse d'une molécule colorée : l'indigo	67
⚠ 54	Coloration d'un tissu à l'indigo	68
⚠ 55	Synthèse du paracétamol (Doliprane)	69
6.2	Extractions	71
⚠ 56	Extraction du pigment rouge de paprika	71
6.3	Substitutions nucléohpiles	72
⚠ 57	Substitution nucléophile monomoléculaire	72
6.4	Polymères	73
⚠ 58	Synthèse du nylon-6,10	73

7 Biochimie	74
7.1 Tests caractéristiques variés	74
7.2 Molécules d'intérêt biologique	74
⚠ 59 Les propriétés chimique de la vitamine C	74
⚠ 60 Hydrolyse de l'amidon	75
⚠ 61 Hydrolyse de la caséine	76
⚠ 62 Extraction de la caséine du lait	77
Bibliographie	78

Index

- accumulateur, 59
- acide aminé, 39
- acide faible, 39
- acide-base, 9, 11, **34**, 37–39, 52
- acquisition numérique, 59
- alcalino-terreux, 11
- alcalins, 11
- alcools (test), 19
- aldéhydes (test), 20, 21
- amide, 69
- amidon, 75
- ammoniaque, 38
- analyse thermique, 53, 54
- anhydride, 69
- anode sacrificielle, 61
- argent, 13
- arome, 63
- athermique, 27, 50
- azéotrope, 53

- banane, 63
- biomolécule, 22, 74–77
- biuret, 76

- calorimétrie, 51
- caséine, 76, 77
- CCM, 66, 69, 71
- choux rouge, 9
- chromatographie colonne, 25
- cinétique, 25, 26, **48**, 48
- coloration, 68
- combustion, 51
- complexation, 15, **45**, 46
- complexes, 14, 45
- conductimétrie, 39
- conductivité corrigée, 40

- constante d'acidité, 37, 38
- constante d'équilibre, 52
- constante de Faraday, 58
- constante de formation, 45
- constante de partage, 49
- corrosion humide, 61
- couleur, 9, 12, 15, 17, 18, 23–25, 37, 38, 49, 67, 68
- courbes intensité-potentiel, 58, 60
textbf, 60
- cuivre, 13, 14, 45, 57
- cétones (test), 20

- Daniell (pile), 57
- Dean-Stark, 63
- diagramme binaire, **53**, 53, 54
- diagramme E-pH, **55**, 55
- diagramme liquide-gaz, 53
- diagramme solide-liquide, 54
- dilution, 31
- dioxygène, 55
- dissolution, 52
- distillation fractionnée, 66
- DNPH, 20
- dosage
 - colorimétrique, 31
 - conductimétrique, 33
 - par titrage, *voir* titrage
 - par étalonnage, 31, 33
- dureté de l'eau, 46
- déplacement d'équilibre, 63

- EDTA, 46
- electrolyse, 58
- endothermique, 27, 50
- enthalpie, 27, 50–52

entropie, 52
 enzyme, 26
 ester, 63
 eutectique, 28, 54
 exothermique, 27, 50
 extraction, 41, **71**, 71, 77
 extraction liquide-liquide, 65

 fer, 43, 61
 filtrage Buchner, 67, 71
 flamme (test), 17

 Gran (graphe méthode), 40

 halogènes, 10, 18
 hydrolyse, 75, 76

 indicateur coloré, **36**, 37, 38
 zones de virage, 36
 indigo, 67, 68
 ions, 41

 K_a , voir constante d'acidité
 K_s , voir produit de solubilité

 liqueur de Fehling, 21
 liquide, 28

 miroir d'argent, 21
 miscibilité, 24
 mécanisme, 69
 mélange homogène, 24
 mélange hétérogène, 24
 métaux, 61
 méthode de Gran, 40
 méthode de Winkler, 55

 navet, 26
 nitrate d'argent, 13
 nylon, 73
 optimisation, 65, 66

 oxydoréduction, 10–13, 25, 31, **41**, 43,
 45, 48, 57, 58, 61

 paprika, 71
 paracétamol, 69
 permanganate, 31, 43, 74
 pH, 9, 39
 photographie, 18
 pigment, 67, 68, 71
 pile, 57
 pile Daniell, 57
 pK_a , voir constante d'acidité
 pK_s , voir produit de solubilité
 plomb, 59
 polyacide, 39
 polymère, **73**, 73
 polymérisation, 73
 précipitation, 15
 produit alimentaire, 9, 31, 38, 63, 71, 74–
 77
 produit de la santé, 33, 43, 44
 produit du quotidien, 31, 33, 38, 43, 44,
 71, 73
 protéine, 22, 76, 77
 précipitation, 14, 18, 41, **44**, 44

 racémique, 66
 rendement, 65, 66
 rendement faradique, 58
 réactif de Schiff, 21
 réactif de Tollens, 21
 régiosélectivité, 66

 serum physiologique, 33, 44
 solubilité, 23, 24, 28, 49, 52
 solvants, 23
 soude, 37
 spectrophotométrie UV-visible, 31, 48,
 49, 67
 substitution, 72

substitution nucléophile, **72**
sucre complexe, 75
synthèse, **63**, 63, 65–67, 69, 72
sélectivité, 69
séparation, 25
séparation sélective, 41

tableau périodique, 10, 11
température, 28
test, **15**, 15
test de flamme, 17
test de Lucas, 19
test du Biuret, 22
test ions, 18
thermochimie, **50**
titrage, **30**
 acido-basique, 37–39
 colorimétrique, 37, 38, 43, 46, 55
 conductimétrique, 39, 44
 en retour, 55
 par complexation, 46
 par précipitation, 44
 pH-métrique, 39
 potentiométrique, 60
 redox, 43, 55, 60
transfert de phase, 24

vitamine, 74

zinc, 57

échelle de teinte, 31
électrolyse, 12
énantiomère, 66
énergie de liaison, 50
énergie électrique, 59
étalonnage, 31, 33
 de la soude, 37

Lien utile pour les étiquettes

<https://www.etiquette.scienceamusante.net/sgf/index.php>

1 Manipulations illustratives

1.1 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 HCl (0,1 M et 1.10^{-4} M)
- ▷ soude 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

1.2 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,

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 HCl (0.1 M)
- ▷ soude 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 : HCl , eau, 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 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

NaOH devient rose

Mettre 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

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 gouttes de permanganate de sorte que ce soit encore limpide
- ▷ ajouter 1 grosse spatule de glucose

Remarques

On observe les différents états d'oxydation du manganèse : permanganate MnO_4^- (VII, violet), manganate MnO_4^- (VI, vert), hypomanganate MnO_4^{2-} (V, bleu), dioxyde de manganèse MnO_2 (IV, noir), ions manganèse 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 vérité 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^{ère} spé*, 2019, chapitre 2 (p.44 – protocole), chapitre 3 (p.66 – jolie illustration) ;

Mots-clefs : oxydoréduction, cuivre, argent, nitrate d'argent,

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...

1.3 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

1.4 Tests de caractérisation

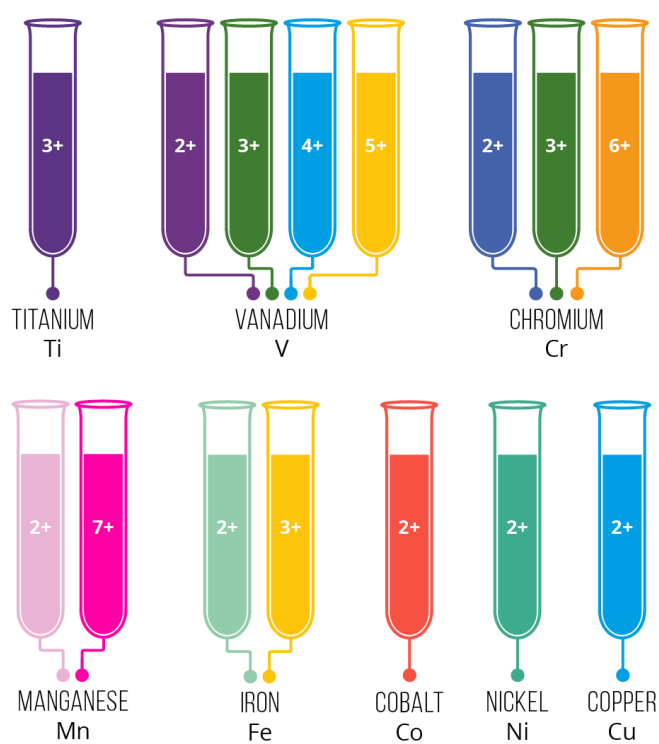
8 Tests colorés de présence de cations métalliques

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 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 :

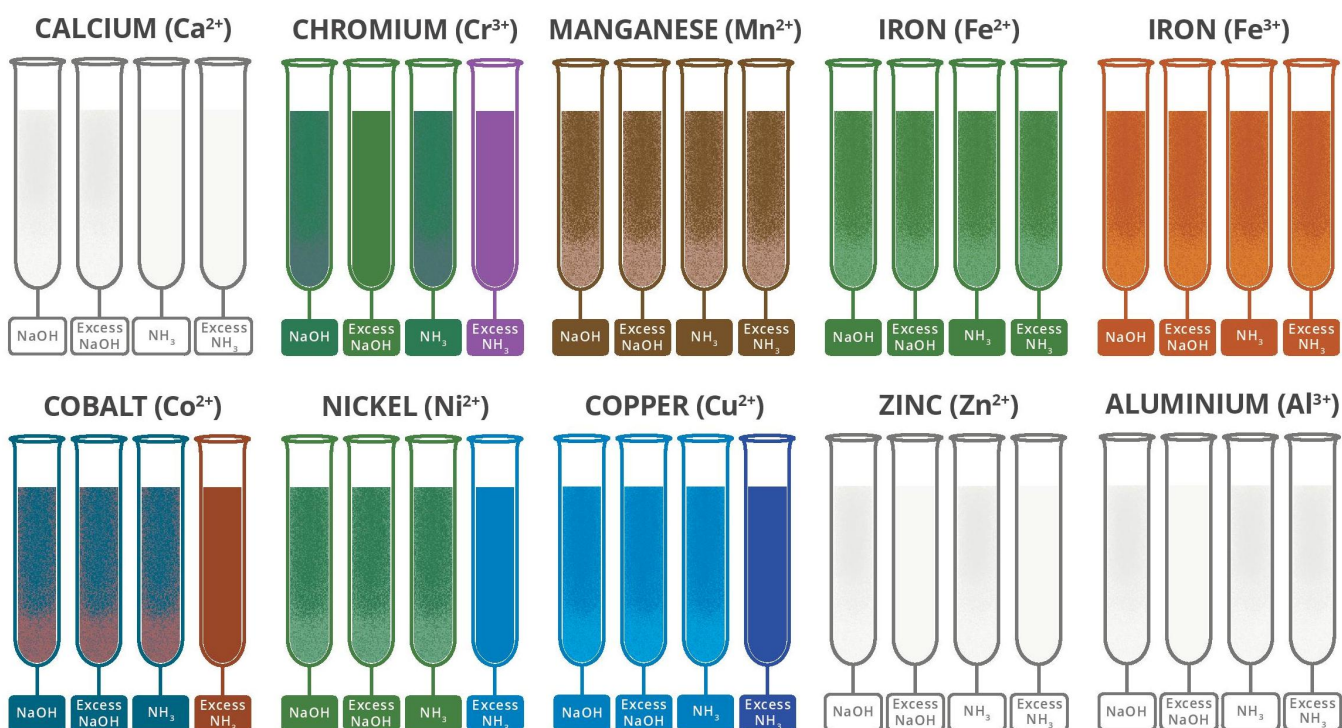


Tableau de synthèse :

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

3. Autres

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

🔬 9 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 :



10 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 (CO_2 , CO_3^{2-})

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

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

Précipité blanc $\text{CaCO}_3 \Rightarrow \text{CO}_2$, 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 (SO_4^{2-})

Produits : ▷ acide chlorhydrique HCl (6 M) ▷ chlorure de barium BaCl_2 (10 %)	Matériel : ▷ 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 BaCO_3 qui précipite !


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

Mots-clefs : photographie,	
Produits : ▷ acide nitrique HNO_3 (5 M) ▷ nitrate d'argent AgNO_3 (10 %)	Matériel : ▷ 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 Ag_2CO_3 qui précipite !

Remarques

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

11 Test des alcools (Lucas)

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

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

Produits :

- ▷ acide chlorydrique 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' HCl dans un bécher
- ▷ sous agitation, y ajouter 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

🔪 12 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 H_2SO_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

13 Tests spécifiques des aldéhydes

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

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

Produits :

- ▷ liqueur de Fehling
 - S1 – CuSO_4
 - S2 – sel de Seignette (tartrate + soude)
- ▷ réactif de Tollens
 - S1 – nitrate d'argent
 - S2 – tampon ammoniacal
- ▷ réactif de Schiff
 - S1 – fuschia acide
 - S2 – bisulfite de sodium
- ▷ aldéhydes à tester
 - glucose (aldéhyde)
 - fructose (cétone)

Matériel :

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

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

🔪 14 Tests d'identification des protéines (Biuret)

Source : Terrien, *Chimie du petit déjeuner*, p. 64–65 ;

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

Produits :

- ▷ protéines hydrolysées
- ▷ solution de soude NaOH à 3 mol/L
- ▷ solution de sulfate de cuivre CuSO_4 à 0,15 mol/L

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.

🔪 15 Test d'identification des lipides (Soudan III)

1.5 Solvants et solutés

🔪 16 Un cocktail chimique coloré

Source : Nathan, *Physique-Chimie 1^{ère} spé*, 2019, p.114 ;

Mots-clefs : couleur, solubilité, solvants,

Produits :

- ▷ dichlorométhane CH_2Cl_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 bécher 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

🔪 17 Illustration de la différence mélange homogène/hétérogène

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

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

🔪 18 Transfert de phase du permanganate de potassium

Source : Fosset, <i>Chimie Physique</i> , §7.2.2 (p. 376) ;	
Mots-clefs : transfert de phase, couleur, solubilité,	
Produits : <ul style="list-style-type: none">▷ chlorure de tétrabutylamonium (TBACl)▷ permanganate de potassium KMnO_4 (10^{-2} M)▷ toluène▷ chlorure de sodium $\text{NaCl}_{(s)}$	Matériel : <ul style="list-style-type: none">▷ erlenmeyer 100 mL▷ bouchon▷ sabot + spatule + balance▷ bécher 100 mL

Protocole ● Rapide illustratif

- ▷ dans un grand erlenmeyer mettre 20 mL de la solution de KMnO_4 et 20 mL de toluène
- ▷ secouer \Rightarrow rien ne se passe
- ▷ ajouter du TBACl (~ 5 g) et 25g de chlorure de sodium
- ▷ secouer \Rightarrow la phase organique devient rose

Variante quantitative

cf. biblio

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

🔪 19 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
- ▷ silice solide
- ▷ sable Fontainebleau
- ▷ plaques CCM

Matériel :

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

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

1.6 Cinétique

🔪 20 Influence de la concentration sur la cinétique

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

Mots-clefs : cinétique, couleur, oxydoréduction,

Produits :

- ▷ solution d'iodure de potassium à 1 M
- ▷ solution de peroxodisulfate de sodium à 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 => 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.

21 Cinétique enzymatique

Source : — ;

Mots-clefs : cinétique, enzyme, navet,

Produits :

- ▷ racine de navet
- ▷ eau oxygénée H_2O_2

Matériel :

- ▷ mortier/pilon
- ▷ couteau
- ▷ filtre plissé/ erlen
- ▷ becher

Protocole ● En préparation

- ▷ Couper finement le navet
- ▷ broyer le navet avec le pilon et de l'eau distillée
- ▷ filtrer le mélange obtenu et récupérer le filtrat : c'est là que se trouve la catalase

Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ Mélanger l'eau oxygénée à la catalase, des bulles (de dioxygène) apparaissent

Remarques

Simple et efficace, mais reste difficile à rendre quantitative (le test de la flamme avec le gaz obtenu est pas pratique). On peut aussi catalyser en utilisant une petite grille de platine.

1.7 Thermochimie

⚠ 22 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 NH_4Cl

Matériel :

- ▷ 3 tubes à essai + support
- ▷ thermomètre

Protocole ● En préparation

- ▷ Remplir les tubes avec ~ 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.

🔪 23 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 PbNO_3
- ▷ Iodure de potassium à 5 pourcents en masse 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.

🔪 24 Influence de la salaison sur la fusion de la glace

Mots-clefs : liquide, eutectique,

Produits :

- ▷ eau distillée, glace, sel

Matériel :

- ▷ 1 cristallisoir
- ▷ 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 pallier eutectique avec $x_{\text{NaCl}} = 23\%$ et une température de -21° C .

2 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]
- ▷ 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	🔪 28 🔪 29 🔪 30	🔪 33 🔪 44		🔪 36
pH-métrie	🔪 31			
Conductimétrie	🔪 31		🔪 34	
Potentiométrie	—	🔪 48		

2.1 Dosages colorimétriques par étalonnage

⚠ 25 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.

⚠ 26 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 :

- ▷ Dakin ou permanganate officinal en sachet ou en comprimé dosés à 0,25 g de 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 λ_{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 MnO_4 à partir de la courbe d'étalonnage

Protocole • Traitement des déchets

- ▷ neutralisation du permanganate avec des oxalate

2.2 Dosages conductimétriques par étalonnage

⚠ 27 Dosage conductimétrique par étalonnage d'un sérum physiologique

Source : Hachette, *Physique-Chimie T^{ale}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 (2×10^{-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.

2.3 Réactions acido-basiques

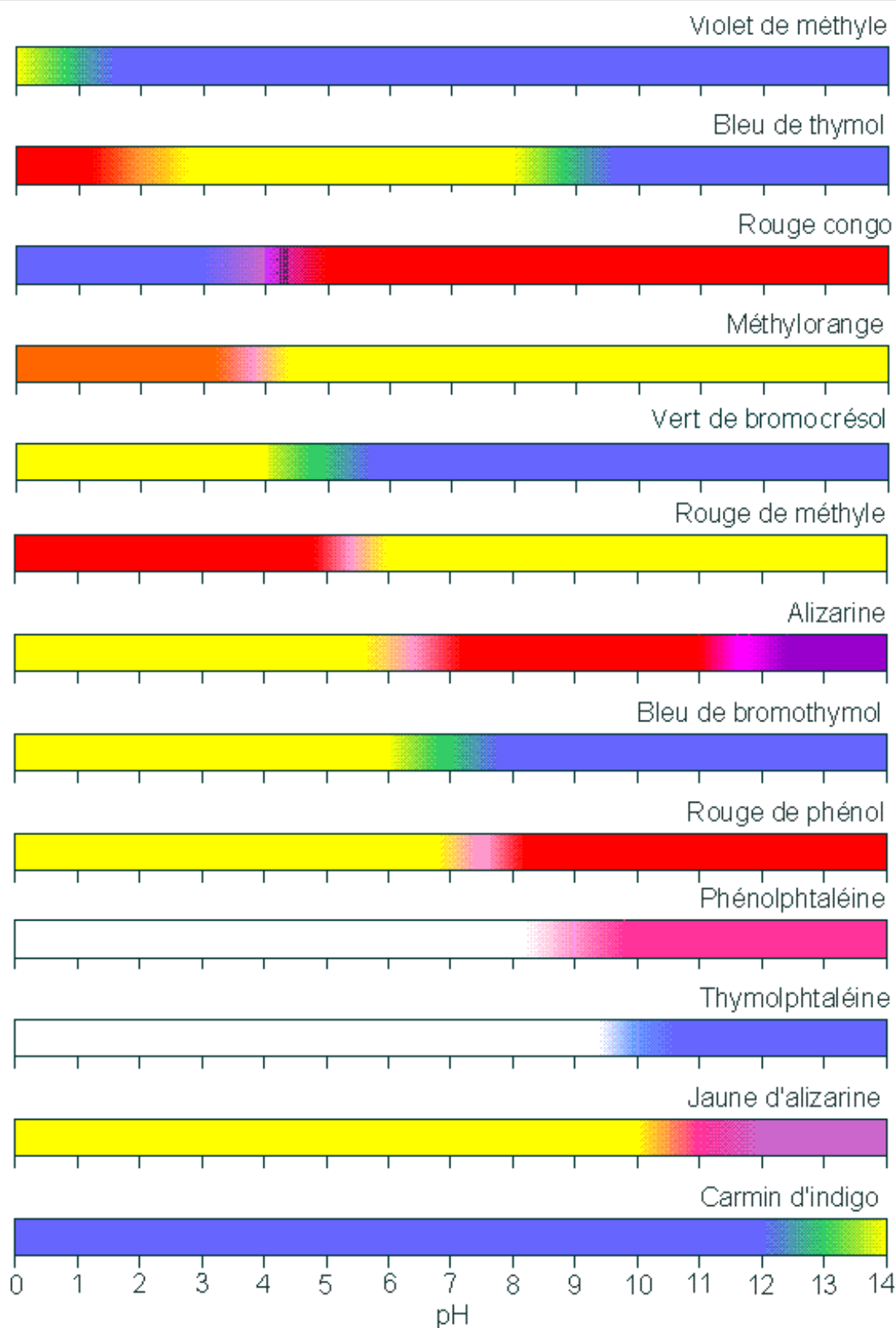
- ▷ Titrage par pHmétrie ou indicateur coloré
- ▷ Détermination d'une constante d'acidité

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



2.4 Titrages acido-basiques

Zones de virages d'indicateurs usuels



🔪 28 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 (~ 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 ~ 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

🔪 29 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

🔪 30 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 pKa de l'acide éthanoïque (4,8). Attention cependant pour tremper correctement les électrodes, il faut diluer la solution initiale or pour repérer le pKa la concentration initiale ne doit pas être trop forte.

⚠ 31 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!conductimétrie, titrage!pH-métrique, titrage!acido-basique, acide faible, polyacide,

Produits :

- ▷ acide chlorhydrique HCl (0.5 M)
- ▷ soude 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 Δ 28
- ▷ 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 ΔpK_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 ;

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 .

2.5 Réactions d'oxydoréduction

32 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,

Produits :

- ▷ sulfate de cuivre (II) CuSO_4 (1 M)
- ▷ nitrate de fer III $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ (1 M)
- ▷ soude NaOH (1 M)

Matériel :

- ▷ becher
- ▷ burette + support
- ▷ agitateur magnétique + barreau aimanté
- ▷ 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 III
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 a tous consommé le fer en principe mais on risque de commencer à faire précipiter le cuivre

- ▷ filtrer le mélanger 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 $Fe_{(aq)}^{3+} + 3HO_{(aq)}^- = Fe(OH)_{3(s)}$;
de constante $K = 4,0 * 10^{37}$
- ▷ pH du début de précipitation du fer est proche de 1
- ▷ Equation de réaction de précipitation des ions cuivre II $Cu_{(aq)}^{2+} + 2HO_{(aq)}^- = Cu(OH)_{2(s)}$;
de constante $K = 5,0 * 10^{19}$
- ▷ pH du début de précipitation du cuivre est 4,8

2.6 Titrages redox

33 Titration du fer dans un produit commercial

Source : Hachette, *Physique-Chimie T^{ale} spé*, 2019, p. 66 ;

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

Produits :

- ▷ permanganate de potassium KMnO_4 ($1 \cdot 10^{-2}$ M)
- ▷ solution commerciale contenant du Fer :
 - anti-chlorose
 - Tardiféron (médicament contre carence en fer quelconque)

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 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) .

2.7 Précipitation

2.8 Titrage par précipitation

34 Titrage conductimétrique d'un sérum physiologique

Source : Hatier, *Physique-Chimie T^{ale} 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 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.

2.9 Réactions de complexation

⚠ 35 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 CuSO_4 (0.1 M)
- ▷ solution commerciale d'ammoniaque
- ▷ acide chlorhydrique 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 KCl et plaque de cuivre + fil électrique et pince-croco

Protocole ● En préparation

- ▷ titrage de la solution d'ammoniaque commerciale (cf. ⚠ 29)
- ▷ 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

2.10 Titrage par complexation

36 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.

3 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]

3.1 Cinétique

37 Réaction des ions iodures avec les ions peroxodisulfate

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

Mots-clefs : cinétique, oxydoréduction, spectrophotométrie UV-visible,

Produits :

- ▷ solution d'iodure de potassium à 1 M
- ▷ solution de peroxodisulfate de sodium à 10^{-3} M


Matériel :

- ▷ 3 béchers de 100 mL
- ▷ 2 pipette jaugée de 5 mL
- ▷ 1 pipette jaugée de 10 mL
- ▷ spectrophotomètre + **cuves en quartz**

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

3.2 Solvants et solutés

⚠ 38 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 zero 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 bécher poubelle avant de jeter le tout

4 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]

4.1 Enthalpie standard

39 Exo/Endo-thermie : Expérience qualitative

Mots-clefs : enthalpie, exothermique, endothermique, athermique, énergie de liaison,

Produits :

- ▷ NH_4Cl
- ▷ soude NaOH
- ▷ sel NaCl

Matériel :

- ▷ 3 béchers
- ▷ thermomètre
- ▷ coupelles

Protocole ● En préparation

- ▷ préparer 3 béchers contenant chacun environ 50 mL d'eau
- ▷ peser 4g de NH_4Cl
- ▷ préparer environ 6 pastilles de soude dans une autre coupelle
- ▷ préparer du sel dans une autre coupelle

Protocole • Pendant la leçon

- ▷ mesurer la température de l'eau avant l'expérience
- ▷ dans les 3 béchers, verser respectivement l'un des trois solides préparés
- ▷ mesurer la température après dissolution

Remarques

La dissolution de la soude est exothermique, celle de NH_4Cl endothermique, et celle du sel athermique. Savoir l'expliquer.

🔥 40 Chaleur de combustion

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

Mots-clefs : enthalpie, combustion, calorimétrie,

Produits :

- ▷ eau distillée

Matériel :

- ▷ bougie *ou* lampe à éthanol
- ▷ boîte d'allumettes
- ▷ canette
- ▷ thermomètre
- ▷ support
- ▷ feuille d'aluminium
- ▷ 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

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.

41

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 $2 \cdot 10^{-2}$ mol/L
- ▷ solution NaOH à 0,1 mol/L
- ▷ bleu de thymol

Matériel :

- ▷ 3 bains thermostatés (0° , 25°C et 50°C) si on veut mesurer $\Delta H_{\text{solv}}^\circ$
- ▷ 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 (~ 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'erlenmeyer
- ▷ ajouter quelques gouttes de bleu de thymol dans l'erlenmeyer

Protocole • Pendant la leçon

- ▷ doser la solution saturée en acide avec la soude (10^{-1} mol/L pour 25°C et 50°C, 2.10^{-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.

4.2 Diagrammes binaires

⚠ 42 Courbes de réchauffement de mélanges eau/éthanol

Mots-clefs : diagramme binaire, diagramme liquide-gaz, 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 ~ 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

⚠ 43 Courbe de refroidissement du mélange Sn/Pb

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

Mots-clefs : diagramme binaire, diagramme 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 palier le plus bas
- ▷ On peut enrichir l'expérience en traçant des courbes de refroidissement et le diagramme binaire de Sn/Pb avec ChimGéné

5 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]

5.1 Diagrammes E-pH

44 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 (NaOH) 0,5g
- ▷ Acide sulfurique (H_2SO_4) à 9 mol.L^{-1} 2 mL
- ▷ Iodure de potassium (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

5.2 Conversion d'énergie

⚠ 45 La pile Daniell : the best – the incontournable

Source : Cachau, *Redox*, 3 D.9 (pp.243–247) ;

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

Produits :

- ▷ solution de sulfate de cuivre à 0.1 M
- ▷ solution sulfate de zinc à 0.1 M
- ▷ solution de soude à 4 M (autorisé?)
- ▷ solution d'ammoniac à 4 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**⚗ 46 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

47 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 PbSO_4
- ▷ Acide sulfurique concentré H_2SO_4 (5M par exemple)
- ▷ Acide chlorhydrique 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 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.

5.3 Courbes intensité-potentiel

48 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!redox,

Produits :

- ▷ iodure de potassium KI (0.1 M)
- ▷ sulfate de cérium $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ (0.1 M)
- ▷ acide perchlorique 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

Remarques

5.4 Corrosion

49 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

6 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]

6.1 Synthèses

50 Déplacement d'équilibre (synthèse de l'ester de banane)

Source : Hatier, *Physique-Chimie T^{ale} spé*, 2012, p.261 ;

Mots-clefs : synthèse, ester, 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
- ▷ erlenmayers, 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 b cher pour r cup rer un  ventuel surplus l  o  devra ensuite se fixer le ballon)
- ▷ fixer le r frig rant et le connecter   l'alimentation en eau
- ▷ Pr paration du milieu r actionnel ; introduire dans le ballon :
 - 8,5 ml d'acide  thanoique
 - 13 ml de 3-m thylbutan-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 le on

- ▷ Lancer le chauffage en montant le chauffe-ballon avec le support  levateur (toujours pr voir une bonne hauteur pour pouvoir couper rapidement le chauffage en baissant le support)
- ▷ Mesurer la quantit  d'eau produite   la fin de la r action (  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 exp rimentales 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 caract riser la puret  du produit obtenu car il est invisible aux UV en CCM (peut- tre qu'il serait visible en utilisant du permanganate ?)
- ▷ Il pourrais  tre int ressant de montrer que ce qui tombe dans le Dean-Stark contient de l'eau en utilisant du sulfate de cuivre anhydre

51 Synthèse de l'arôme de cannelle

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

Mots-clefs : synthèse, optimisation, rendement, extraction liquide-liquide,

Produits :

- ▷ 10 mL de benzaldéhyde
- ▷ 15 mL de soude à 2 mol/L
- ▷ 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 mol.L⁻¹
- ▷ Placer le ballon dans un cristalliseur 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 cristalliseur, 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°C au sein du mélange réactionnel.
- ▷ Agiter le mélange à 40 °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  52, mais avec la cinnamaldéhyde à la place de l'acide cinnamique.

52 Hydro-halogenation régiosélective

Source : Voir annexe compte-rendu LC 09 (activité STL SPCL) ;

Mots-clefs : synthèse, optimisation, rendement, racémique, énantiomère, régiosélectivité, distillation fractionnée, CCM,

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).

⚠ 53 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,

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

54 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'erien avec 40 mL d'eau distillée
- ▷ ajouter pastille de soude
- ▷ chauffer jusqu'à ébullition
- ▷ peser 0.1 g d'indigo
- ▷ **retirer l'erien du chauffage** et ajouter immédiatement l'indigo
- ▷ boucher l'erienmeyer
- ▷ 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'erienmeyer si on chauffe!)

Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ immerger le tissu dans l'eren, 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)

⚗ 55 Synthèse du paracétamol (Doliprane)

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

Mots-clefs : synthèse, paracétamol, sélectivité, amide, anhydride, CCM, mécanisme,

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 supports élévateurs
- ▷ un clips
- ▷ potences
- ▷ pinces 3 doigts et pinces 2 doigts
- ▷ baguette de verre

Compétences expérimentales illustrables : - Pipetage - Sèchage / Extraction - Recristallisation -Caractérisation/Analyse de pureté/ Banc Kofler

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_{fusion}(paracétamol) : 171°C

6.2 Extractions

⚠ 56 Extraction du pigment rouge de paprika

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

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.

6.3 Substitutions nucléohpiles

57 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 NaHCO_3 à 5% dans l'eau
- ▷ sulfate de magnésium anhydre MgSO_4
- ▷ nitrate d'argent 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'erlenmeyer sur un support
- ▷ sous la hotte y introduire 10 mL de 2-méthylpropan-2-ol et 25 mL d'acide chlorhydrique concentré
- ▷ boucher l'erlen 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 NaHCO_3 à 5 % (5 g de NaHCO_3 dans 100 mL d'eau)
- ▷ récupérer la phase organique, la sécher en y ajoutant une spatule de 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 (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.

6.4 Polymères

⚠ 58 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 phénolphthaléine

Protocole ● Pendant la leçon

- ▷ verser la solution 2 dans 1 délicatement sur les bords du cristalliseur \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

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

7.1 Tests caractéristiques variés

Voir [A 13] et [A 14]

7.2 Molécules d'intérêt biologique

A 59 Les propriétés chimiques de la vitamine C

Source : Nathan, *Physique-Chimie 1^{ère} 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

60 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_2
- ▷ 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...

⚠ 61 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 ⚠ 14

Remarques

S'il n'y a pas de caséine disponible, on peut l'extraire du lait (cf. ⚠ 62) et ce n'est pas grave si elle n'est pas sèche, mais par contre il faut lancer l'extraction assez rapidement.

62 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

Références

- ANTCZAK, S. *Physique-Chimie T^{ale} générale enseignement de spécialité*. Manuel. Hatier, 2012.
- AZAN, J-L. *Physique-Chimie pour la santé 1^{ere} 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^{ere} 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^{ere} 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 de chimie-3e éd. : Capes/Agrégation*. Dunod, 2008.
- RUFFENACH, M. *Physique-Chimie T^{ale}S*. Manuel. Bordas, 2012.
- TERRIEN, Marie et Josette FOURNIER. *Chimie du petit déjeuner*. Cultures et techniques, 1998.