

D. LATOUCHE
Lycée Saint-Exupéry
78200 Mantes-la-Jolie

Fiches techniques

TP de Chimie



- ♣ Fiche 1 : la verrerie de laboratoire
- ♣ Fiche 2 : le bec Bunsen
- ♣ Fiche 2 : l'extraction par solvant
- ♣ Fiche 4 : l'hydrodistillation
- ♣ Fiche 5 : la chromatographie sur couche mince
- ♣ Fiche 6 : le chauffage à reflux
- ♣ Fiche 7 : effectuer une pesée
- ♣ Fiche 8 : lire un volume
- ♣ Fiche 9 : utiliser une pipette jaugée
- ♣ Fiche 10 : préparer une solution par dissolution
- ♣ Fiche 11 : préparer une solution par dilution
- ♣ Fiche 12 : mesurer la masse volumique d'un liquide

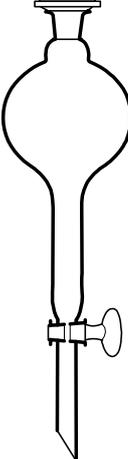
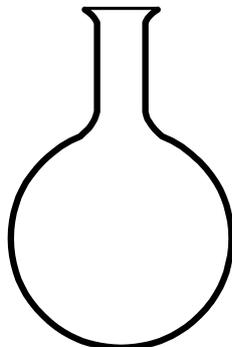
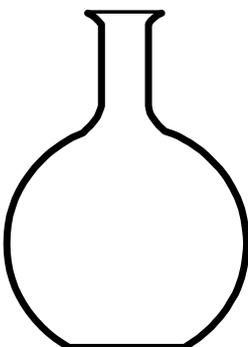
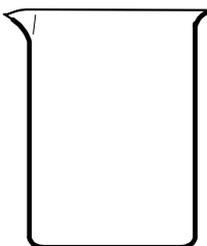
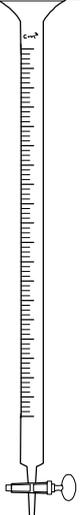
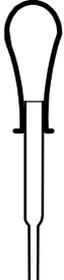
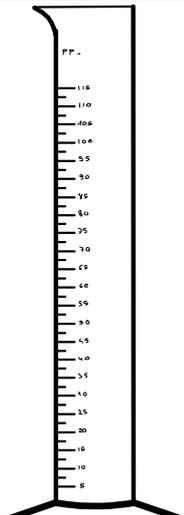
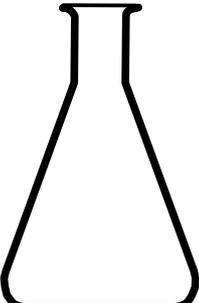
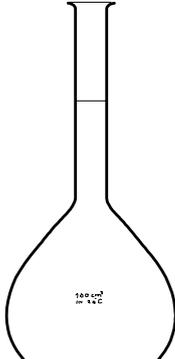
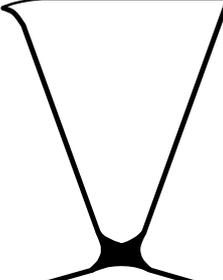
Consignes de sécurité à respecter en TP de Chimie

- ♣ Porter une blouse en coton boutonnée
- ♣ Avoir les cheveux attachés s'ils sont longs.
- ♣ Manipuler debout.
- ♣ Porter des lunettes de protection et des gants lors de la manipulation de produits corrosifs.
- ♣ Respecter les consignes de sécurité données par le professeur.

Pictogrammes de sécurité

Toxique T Très toxique T+		Substance mortelle pour les organismes vivants. Il ne faut pas entrer en contact avec la peau, les yeux et ne pas respirer !
Nocif Xn Irritant Xi		Substance qui irrite la peau et les yeux. Peut rendre malade rien qu'en le respirant. Il ne faut pas respirer et ne pas toucher.
Facilement inflammable Très inflammable F+		Substance qui prend feu. Il faut tenir loin des flammes et refermer le flacon.
Comburant O		Substance qui favorise l'inflammation, qui entretient les flammes lors d'un feu. Il faut tenir loin des substances combustibles.
Corrosif C		Substance qui ronge comme les acides et les bases. Il faut éviter le contact avec la peau et les yeux.
Explosif E		Substance qui peut exploser. Il faut éviter les chocs et tenir loin des flammes.
Dangereux pour l'environnement N		Substance qui pollue la nature et présente un danger pour les animaux et les végétaux. Il ne faut pas jeter à l'évier ou à la poubelle.

Fiche technique n°1 : la verrerie de laboratoire

			
Ampoule à décanter	Ballon à fond rond	Ballon à fond plat	Bécher
			
Burette graduée	Compte gouttes	Eprouvette graduée	Erlenmeyer
			
Fiole jaugée	Pipette jaugée	Tube à essais	Verre à pied

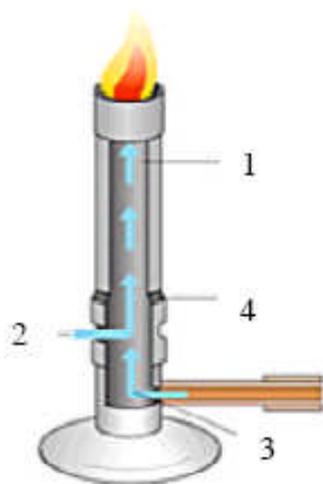
Fiche technique n ° 2 : le bec Bunsen

1. Historique



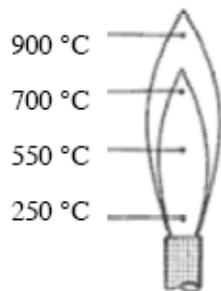
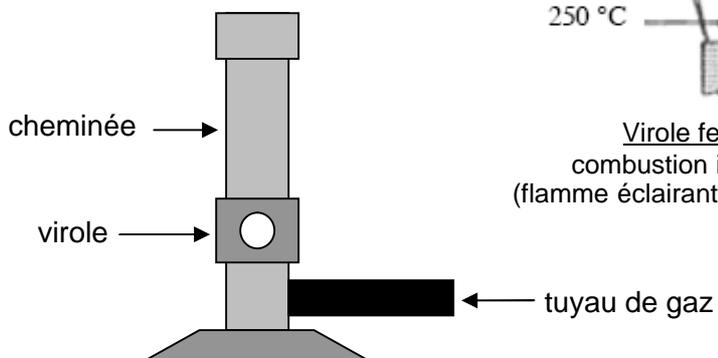
Né en 1811 à Göttingen et décédé à Heidelberg en 1899, Robert Wilhelm Bunsen (de nationalité allemande) a construit une pile électrique à l'acide nitrique (1841) et a créé un brûleur à gaz qui porte son nom (le bec Bunsen).

2. Principe de fonctionnement

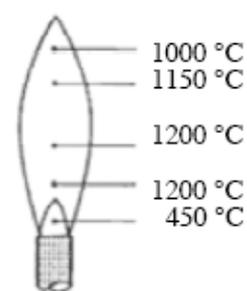


Ce brûleur à gaz, muni d'une cheminée verticale (1), permet le mélange de l'air (2) avec le gaz (3) avant que celui-ci ne brûle. Son fonctionnement est simple: le gaz pénètre dans la cheminée du brûleur par l'orifice situé à la base de celui-ci; des orifices localisés autour de la base (4) permettent l'admission de l'air. C'est à cet endroit que l'air et le gaz se mélangent. Le mélange s'enflamme et brûle à la sortie de la cheminée. Lorsque les orifices sont fermés par la pièce cylindrique appelée virole, la flamme est lumineuse car la combustion du gaz est incomplète. Lorsque les orifices ne sont plus fermés par la virole, la flamme perd une grande partie de sa luminosité et devient plus chaude (combustion complète).

Températures atteintes :



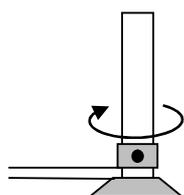
Virole fermée :
combustion incomplète
(flamme éclairante jaune-orangé)



Virole ouverte :
combustion complète
(flamme chauffante bleu)

3. Allumage du bec Bunsen

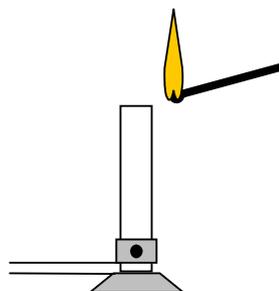
- ① Fermer la virole du bec Bunsen.
- ② Craquer une allumette.
- ③ Ouvrir le robinet de gaz.
- ④ Présenter l'allumette enflammée à l'extrémité de la cheminée : on obtient une flamme éclairante de couleur jaune-orangée (combustion incomplète).
- ⑤ Ouvrir la virole de manière à obtenir une flamme chauffante de couleur bleue (combustion complète).



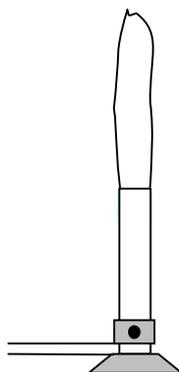
① Tourner la virole pour fermer l'arrivée d'air



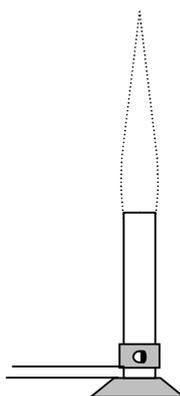
② Enflammer une allumette



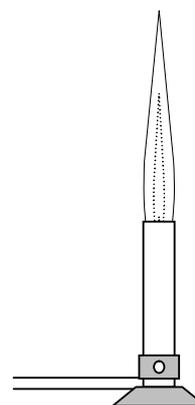
④ L'approcher de la tête de la cheminée



Une flamme jaune « éclairante » apparaît.



Tourner un peu la virole, la flamme devient bleutée et conique



⑤ Ouvrir complètement la virole, la flamme comporte un cône bleu surmonté d'une zone jaune

4. Chauffage d'un liquide dans un tube à essais

- ① Mettre des lunettes de protection.
- ② Disposer la pince en bois au niveau de la partie supérieure du tube à essais. Cela permet de bien surveiller ce qui se passe à l'intérieur du tube à essais tout en évitant la carbonisation de la pince.
- ③ Incliner le tube à 45° par rapport à la verticale en dirigeant son orifice vers un endroit sans danger.
- ④ Faire effectuer aux tubes à essais des petits mouvements de balancier dans la flamme.
- ⑤ Contrôler l'ébullition en retirant le tube à essais de la flamme dès la perception du frémissement de l'ébullition pour le laisser refroidir à l'air libre.
- ⑥ Recommencer au besoin à chauffer.

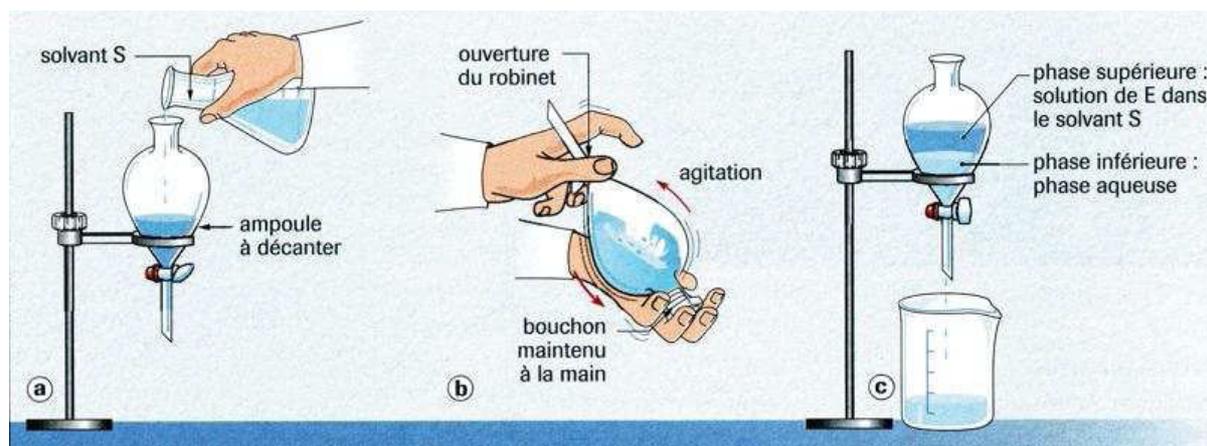
Fiche technique n° 3 : L'extraction par solvant

1. Choix du solvant

Quant on désire effectuer une *extraction liquide-liquide* d'une espèce chimique E d'un mélange aqueux, on utilise un solvant S qui répond au mieux aux quatre conditions suivantes :

1. Le solvant S doit être non-miscible à l'eau ;
2. L'espèce E doit être très soluble dans le solvant S ;
3. Le solvant S ne doit pas être trop dangereux ; on préférera nocif à inflammable, car la protection est plus facile à organiser ;
4. Le solvant S doit être volatil (température d'ébullition basse), afin de pouvoir être facilement éliminé en fin d'extraction.

2. Mise en œuvre



(a) Dans l'ampoule à décanter, on introduit le mélange aqueux et le solvant S.

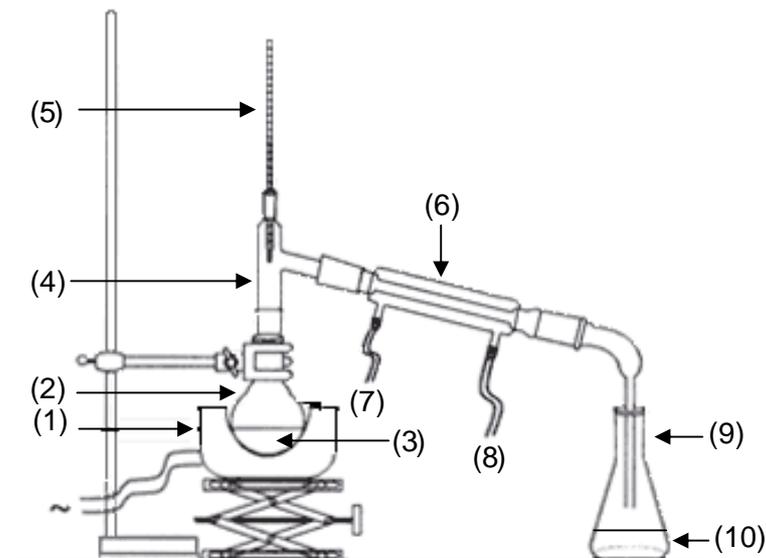
(b) On agite l'ensemble dans l'ampoule à décanter en effectuant, de temps à autre, un dégazage (pour faire sortir les gaz apparus lors de l'agitation).

(c) On laisse décanter. Deux phases liquides apparaissent (sur les schémas, le solvant S est moins dense que l'eau). La phase supérieure est le solvant S qui a dissous l'espèce E ; la phase inférieure est la phase aqueuse, sans intérêt. On sépare les deux phases en laissant écouler les liquides jusqu'à leur surface de séparation (en n'oubliant pas d'ôter le bouchon de l'ampoule à décanter).

Fiche technique n° 4 : L'hydrodistillation

Il s'agit de la **distillation d'un mélange d'eau et d'un produit naturel**. Lorsque l'on chauffe ce mélange, les arômes du produit naturel sont **entraînés** par la vapeur d'eau. Il suffit alors de **condenser les vapeurs** qui se dégagent (on les ramène à l'état liquide) afin de récupérer les arômes.

1. Dispositif expérimental



- | | |
|---|--------------------------------|
| (1) : chauffe ballon électrique | (6) : réfrigérant à eau |
| (2) : ballon à fond rond | (7) : sortie d'eau |
| (3) : mélange {eau + extraits végétaux} | (8) : entrée d'eau |
| (4) : colonne de distillation | (9) : erlenmeyer |
| (5) thermomètre | (10) : distillat (ou hydrolat) |

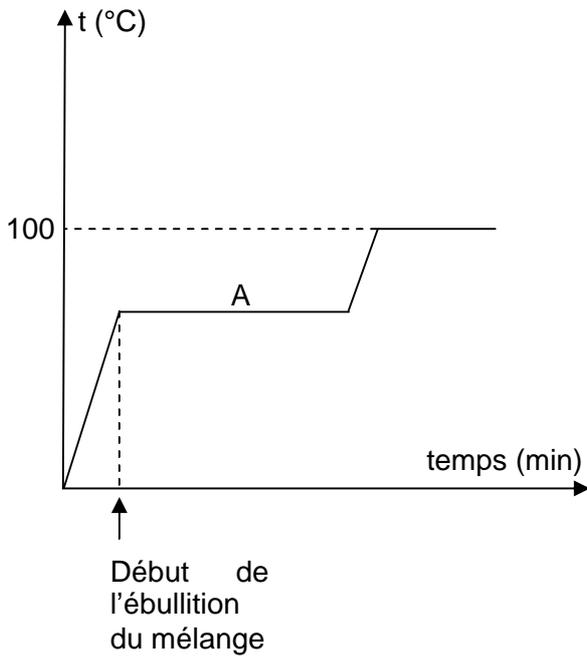
2. Principe

L'**hydrodistillation** consiste à **porter à ébullition un mélange** {eau + extraits végétaux}, puis à **liquéfier les vapeurs** qui se dégagent à l'aide d'un **réfrigérant à eau**, afin de récupérer les huiles essentielles. En effet, les espèces chimiques odorantes que renferment de nombreuses plantes sont faites de molécules peu ou pas solubles dans l'eau mais souvent volatiles. Initialement mélangées à de l'eau, elles se vaporisent par chauffage en même temps que l'eau et sont entraînées par la vapeur d'eau vers un réfrigérant où elles se liquéfient (ainsi que l'eau).

A la sortie du réfrigérant on recueille un liquide, **le distillat ou hydrodistillat**. Il est en général formé de **2 liquides non miscibles** :

- la phase aqueuse, la plus abondante, est constituée d'eau dans laquelle sont dissoute très peu d'espèces odorantes.
- la phase organique (l'huile essentielle) est constituée des espèces odorantes

3. Température de la vapeur



On observe que lors de l'ébullition du mélange {eau + extraits végétaux} la température de la vapeur reste constante et inférieure à 100°C (pallier A) : cela indique que la vapeur n'est pas composée par de l'eau pure mais par un mélange {eau + substances odorantes}. Dès que la température augmente à partir de ce pallier, cela indique qu'il n'y a plus de substances odorantes à extraire : il faut donc arrêter le chauffage (car sinon on extrait par la suite uniquement de l'eau pure).

4. Relargage

A la fin de l'extraction par hydrodistillation, on ajoute de l'eau salée au distillat : cette étape s'appelle le relargage. Cette étape permet de mieux séparer la phase aqueuse de la phase organique. En effet les substances odorantes contenues dans l'huile essentielle sont peu solubles dans l'eau et encore moins dans l'eau salée.

Fiche technique n° 5 : La chromatographie sur couche mince (C.C.M.)

La chromatographie sur couche mince (C.C.M.) est une technique utilisée pour la *séparation et l'identification* d'espèces chimiques contenues dans un mélange.

1. Préparation des plaques



On utilise des plaques en verre recouvertes d'un gel de silice ou du papier *Whatman (papier buvard)* qui constitueront la **phase fixe** ou **stationnaire**. Sur chacune des plaques, on trace un trait très fin au crayon de papier à 1 cm du bas appelé **ligne de base** ou **ligne de dépôt**, et on repère sur ce trait des positions, par des croix équidistantes. Dans l'idéal, chaque position doit être au minimum à 1 cm des positions adjacentes ou du bord.

2. Dépôts des substances à analyser

Les **dépôts** de chaque substance sont effectués avec des **micropipettes** ou avec des pointes fines en bois (**piques apéritifs**). Il est toujours préférable d'effectuer plusieurs dépôts au même point en séchant rapidement entre chaque application que de faire un gros dépôt unique donnant une tache large et peu précise.

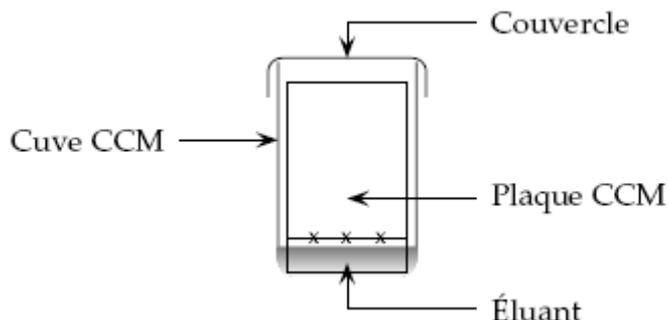
3. Choix de l'éluant

Le **solvant** que l'on va utiliser est appelé **éluant**. Les substances chimiques à analyser sont plus ou moins solubles dans l'éluant ; celui-ci va se déplacer (*migrer*) par capillarité le long de la plaque, entraînant plus ou moins les substances déposées. L'éluant est donc la **phase mobile** de la chromatographie.

4. L'éluion

L'étape d'**élution** consiste à faire **monter l'éluant sur la plaque par capillarité**. Pour éviter que l'éluant ne s'évapore au fur et à mesure de sa montée sur la plaque, il est *très important* de saturer préalablement la cuve en vapeurs d'éluant, en plaçant l'éluant dans celle-ci au moins dix minutes avant d'introduire la plaque, et en bouchant la cuve.

Le volume d'éluant versé dans la cuve ne doit pas être trop élevé, afin de ne pas submerger les dépôts ; la plaque ne doit pas toucher les parois de la cuve, et l'ensemble doit être laissé horizontal et parfaitement immobile tout au long de l'étape d'élution.



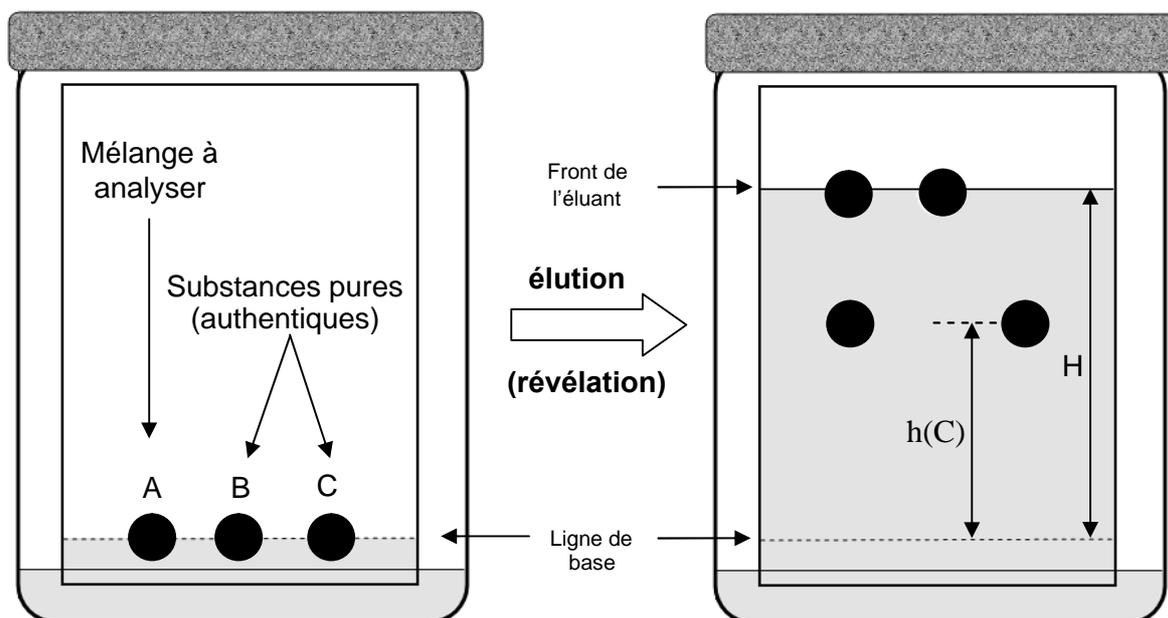
Lorsque le **front de l'éluant** parvient à 1 cm du haut de la plaque, on la retire de la cuve. On repère alors rapidement le front de l'éluant, à l'aide d'un trait au crayon de papier, et on sèche par agitation.

5. La révélation des tâches

Lorsque les substances analysées sont colorées, leur révélation est immédiate ; dans le cas contraire, on peut procéder à une révélation :

- aux ultraviolets ;
- au diiode ;
- au permanganate de potassium...

On marque au crayon de papier les positions successives atteintes par les divers constituants.



6. Identification des composés chimiques

Deux cas peuvent se présenter :

- on recherche un corps pur particulier parmi tous les constituants d'un des dépôts ; on procède par comparaison avec la tache donnée par l'éluion du corps pur, déposé préalablement sur la même plaque. Sa migration sur la plaque permet de détecter immédiatement la présence ou l'absence du corps pur dans les constituants à analyser.

Contrainte : il faut avoir le produit pur en réserve au laboratoire ;

- on ne connaît rien de la composition supposée des dépôts ; il faut calculer le *rapport frontal* R_f de chaque tache, ce rapport étant caractéristique pour chaque corps pur.

Le rapport frontal est le quotient de la hauteur atteinte par la substance considérée par la hauteur atteinte par le front de l'éluant :

$$R_f = \frac{h}{H}$$

Les hauteurs h et H se mesurent sur la plaque à l'aide d'une règle graduée.

Fiche technique n° 6 : Le chauffage à reflux

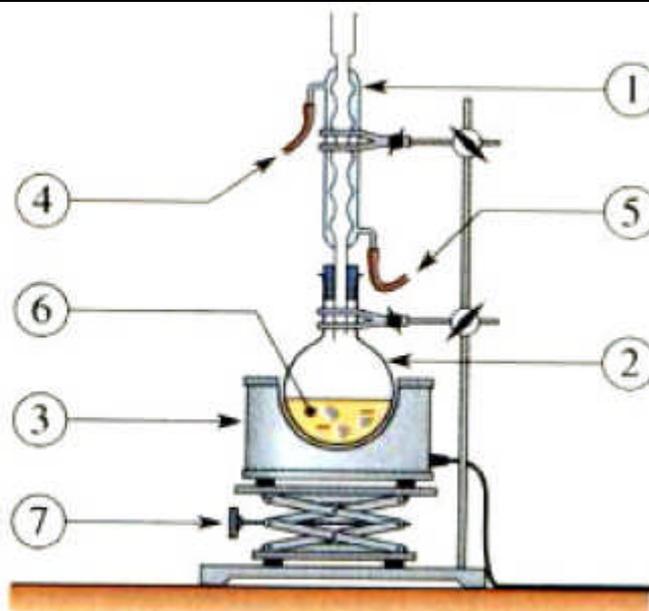
1. Principe

On appelle synthèse la préparation d'une espèce chimique à partir d'autres espèces chimiques.

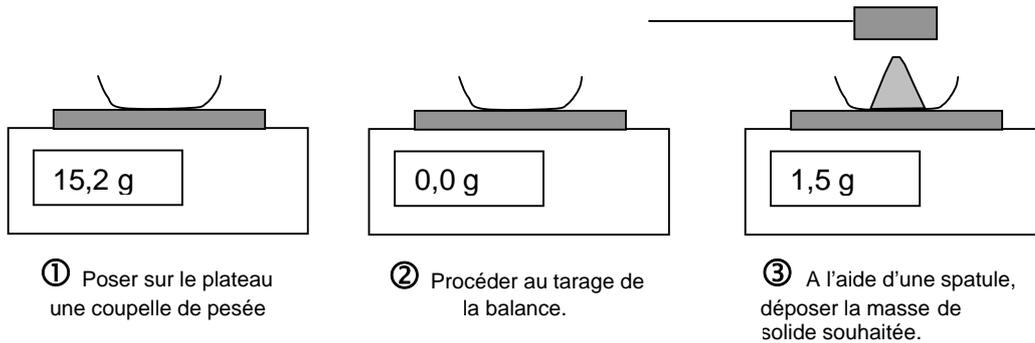
Certaines synthèses sont lentes à température ambiante. Il est possible de les accélérer en chauffant le mélange réactionnel de manière à le porter à ébullition. Un réfrigérant à eau vertical refroidit et liquéfie les vapeurs formées. Le dispositif de chauffage à reflux permet donc de chauffer longtemps sans perdre dans l'atmosphère de la pièce les réactifs utilisés et les produits formés par vaporisation. Les grains de pierre ponce permettent d'homogénéiser la température d'ébullition du mélange réactionnel.

2. Dispositif expérimental

- 1- réfrigérant.
- 2- Ballon.
- 3- Chauffe-ballon.
- 4- Sortie de l'eau.
- 5- Arrivée de l'eau.
- 6- Mélange réactionnel.
- 7- Vallet.



Fiche technique n° 7 : Effectuer une pesée

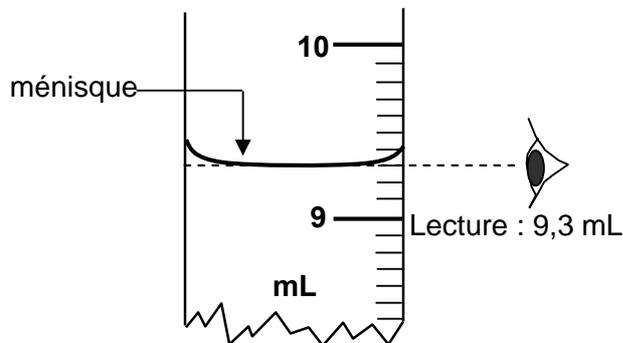


① Poser sur le plateau une coupelle de pesée

② Procéder au tarage de la balance.

③ A l'aide d'une spatule, déposer la masse de solide souhaitée.

Fiche technique n° 8 : Lire un volume



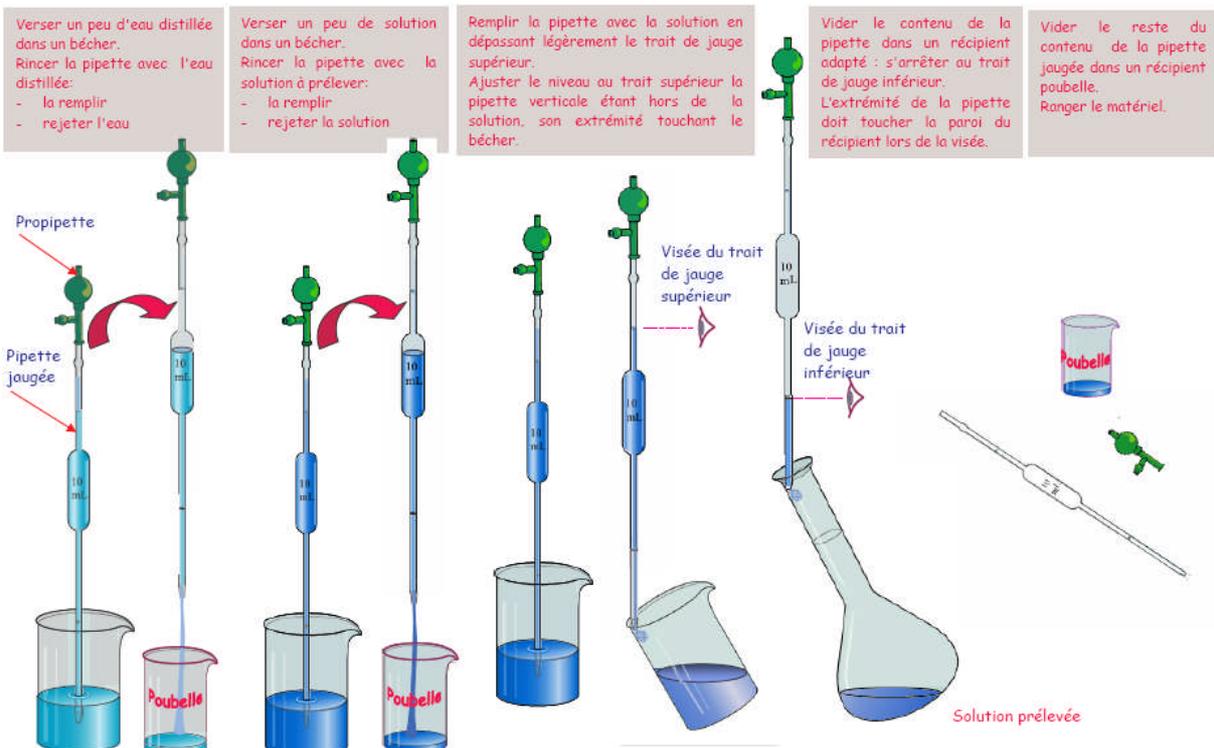
Le niveau d'un liquide remonte légèrement sur les bords de la verrerie utilisée en prenant la forme d'un ménisque.

① Aligner l'œil à la hauteur de la surface de séparation liquide-air afin d'éviter les erreurs de parallaxe.

② Viser la base du ménisque (zone plane médiane inférieure)

③ Lire la graduation correspondante.

Fiche technique n° 9 : Utiliser une pipette jaugée



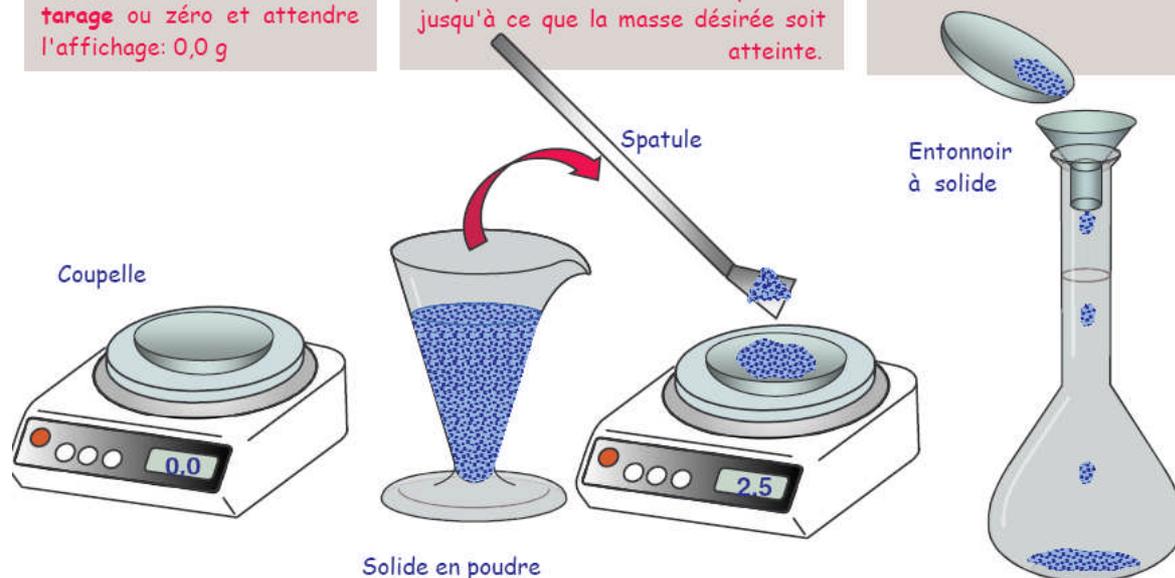
Fiche technique n° 10 : Préparer une solution par dissolution

Soit à préparer une solution par dissolution d'une masse $m = 2,5$ g de solide dans 100 mL d'eau.

Placer une coupelle vide sur le plateau d'une balance en fonctionnement.
Appuyer sur le bouton de **tarage** ou zéro et attendre l'affichage: 0,0 g

Prélever un peu de solide en poudre à l'aide d'une spatule et verser lentement son contenu dans la coupelle. Recommencer l'opération jusqu'à ce que la masse désirée soit atteinte.

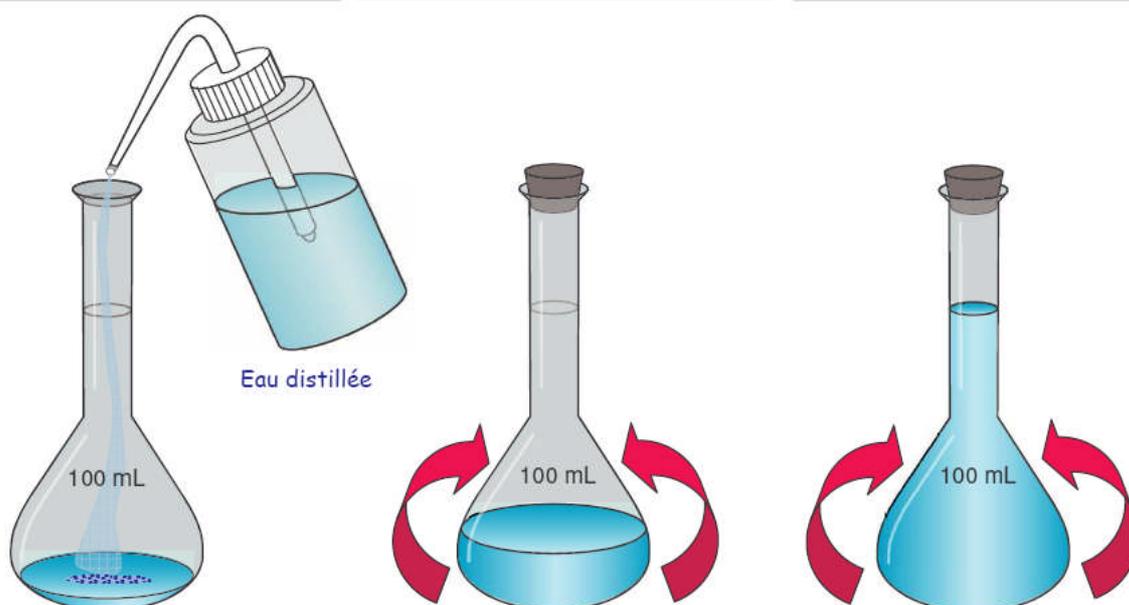
Vider le contenu de la coupelle dans une fiole jaugée de 100 mL.



Rincer la coupelle et l'entonnoir à l'aide d'une pissette d'eau distillée en versant toute l'eau de rinçage dans la fiole jaugée.

Rajouter encore un peu d'eau distillée. Homogénéiser le mélange.

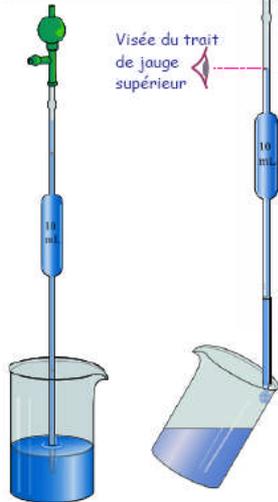
Ajouter à nouveau de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge et homogénéiser une nouvelle fois.



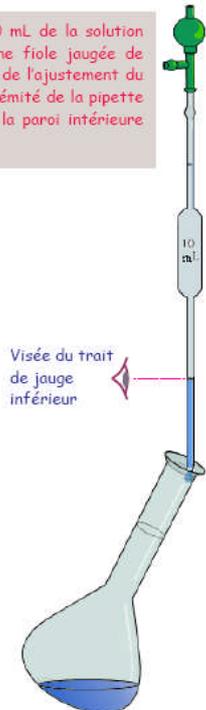
Fiche technique n° 11 : Préparer une solution par dilution

On souhaite préparer 100 mL d'une solution de concentration $c = c_0/10$ à partir d'une solution mère de concentration c_0 .

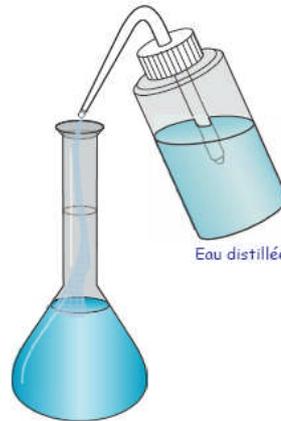
Introduire la solution mère dans un bécher.
Prélever cette solution à l'aide d'une pipette jaugée de 10 mL, préalablement rincée.



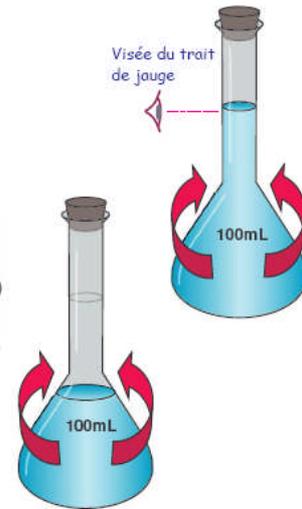
Verser les 10 mL de la solution mère dans une fiole jaugée de 100 mL. Lors de l'ajustement du niveau, l'extrémité de la pipette doit toucher la paroi intérieure de la fiole.



Ajouter un peu d'eau distillée dans fiole jaugée.
Boucher la fiole et homogénéiser la solution.

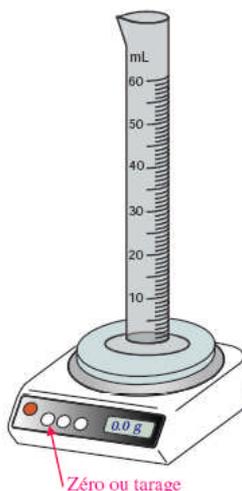


Oter le bouchon et ajouter encore de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge supérieur.
Homogénéiser à nouveau la solution.



Fiche technique n° 12 : Mesurer la masse volumique d'un liquide

Placer l'éprouvette graduée vide sur le plateau de la balance en fonctionnement.
Appuyer sur le bouton de **tarage** et attendre l'affichage : 0.0 g.



Introduire l'alcool dans l'éprouvette graduée.

Ajuster le niveau du liquide à la graduation 50 mL.



Mesurer la masse d'alcool introduite.



Déterminer la masse volumique de l'alcool.

La masse volumique ?
 $\rho = \frac{m}{V}$
A.N.:
 $\rho = \frac{40,0}{50} = 0,80 \text{ g.mL}^{-1}$
Et dans le système S.I. ?