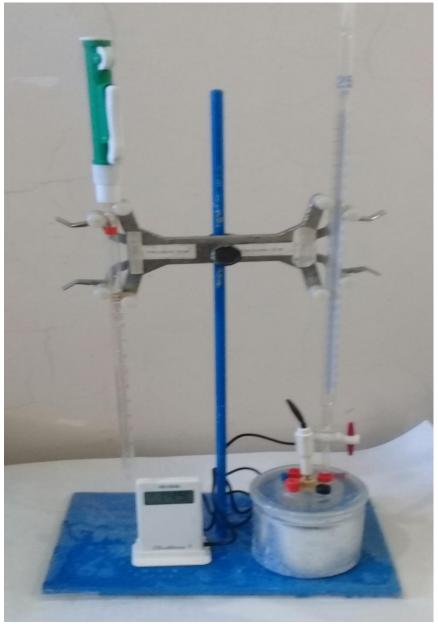


# <u>UNIVERSITE H</u>ASSAN II <u>C</u>asablanca <u>F.S.T M</u>ohammedia <u>Département de Chimie</u>



# <u>Les Travaux Pratiques</u> <u>De Structure de la Matière</u>

MIP C111 / BCG C211



Année universitaire 2020/2021

# CONSIGNES GENERALES

# 1) Objectifs des travaux pratiques (TP)

Acquérir une habilité manuelle permettant de manipuler de façon efficace et précise. Apprendre à choisir de verrerie adaptée aux expériences.

Connaître de fonctionnement des appareils et l'utilisation des produits chimiques. Les manipulations proposées sont ciblées : elles sont simples et traitent des problèmes concrets. La durée des séances des travaux pratiques est largement suffisante pour permettre d'effectuer avec soin le travail expérimental si vous avez **préparé à l'avance** votre manipulation du jour et le compte rendu.

Toute séance non rattrapée entraine automatiquement une note de 0/20.

#### 2) Restrictions concernant les TP

- Les séances des travaux pratiques sont obligatoires.
  Toute absence doit être justifiée dans un délai de 72 h.
- Le port de blouse en coton est obligatoire, faute de quoi l'étudiant ne sera pas accepté en salle de TP.
- Les horaires et les groupes sont à respecter.
   Aucun changement de groupe ne sera autorisé. (Consulter le planning)

# 3) Considérations générales

- \* Afin que vos efforts ne soient pas inutile, il importe, avant la manipulation, que vous sachiez ce que vous allez faire au laboratoire (calculs, mode opératoire,...). Le temps réservé à chaque manipulation est limité, donc pour mener à bien une manipulation il faut non seulement avoir lu attentivement le fascicule mais aussi avoir bien compris et retenu le principe de la manipulation (faire des schémas).
- \* La façon de travailler est contribué efficacement à la sécurité,

Il faut travailler calmement, éviter les gestes brusques ainsi que le déplacement inutile ou précipité.

Le travail sur une paillasse propre et dégagé de tous les objets inutiles à la manipulation en cours est plus agréable et plus sur de même que l'emploi de verrerie bien nettoyée.

- \* Le matériel mis à votre disposition est fragile et coûteux, il doit être manipulé avec précaution. Tout bris ou défectuosité de ce matériel par négligence sera sévèrement sanctionné lors de l'attribution de la note.
- \* Avant de quitter la salle vérifier que : le matériel est parfaitement propre et bien rangé comme indiquer. Les éviers et la paillasse sont propres.

# 4) Contrôle de connaissance

- Chaque séance de TP débute avec un contrôle portant sur les connaissances requises pour effectuer le TP.
- Un rapport est à rendre à la fin de chaque séance de TP c'est une synthèse de travail réalisé au cours du TP. Il doit présenter clairement les principes utilisés et les résultats des manipulations ainsi que leur interprétation.

Il doit être les évidences suivantes :

- √ L'objectif des TP.
- ✓ Le mode opératoire suivi en précisant la verrerie utilisée.
- ✓ Les équations des réactions chimiques.
- ✓ Les grandeurs mesurées avec les incertitudes sur celles-ci.
- ✓ Les calculs effectués pour trouver la grandeur recherchée.
- ✓ Une conclusion.

# 5) Sécurité

(Voir fiche technique  $N^{\circ}1$  et  $N^{\circ}2$ )

Au laboratoire de chimie les principaux risques encourus sont :

- € Les brûlures.
- & Les atteintes oculaires.
- Les coupures.
- Les intoxications.
- \*Dès la première séance, on repérera l'emplacement des extincteurs et douches de sécurité.
- \*Le port de lunettes de protection est obligatoire pour certaines manipulations.
- \*Il faut pipeter les acides et les bases concentrés à l'aide d'une pro pipette.
- \*Il faut toujours manipuler les acides et les bases concentrés sous la hotte.
- \*Il est strictement interdit de fumer dans les salles de TP.
- \*Il ne faut jamais manger ou boire au laboratoire.

# RAPPEL DE QUELQUES NOTIONS GENERALES EN CHIMIE DE SOLUTION

### I - PRINCIPE GENERALE DE LA VOLUMETRIE

# I-1 <u>GENERALITES</u>:

Le but de dosage est de déterminer le titre d'un composé B dans une solution inconnue SB .il consiste à ajouter progressivement un volume VA, d'une solution SA titrée, à un volume précis VB de la solution SB.

La réaction peut avoir lieu en solution aqueuse ou non aqueuse.

Le titrant peut être un acide, une base, un oxydant, un réducteur, un agent complexant, un composé donnant une réaction exothermique ou un réactif donnant une coloration.

Remarque : une solution titrée est une solution de normalité, concentration molaire et concentration massique connues.

### a)-Réaction acide base

Une réaction acido-basique est une transformation mettant en jeu deux couples acido-basiques, acide1/base1 et acide2/base2, qui échangent un proton H<sup>+</sup>.

On pourra écrire chaque demi-équation acido-basique correspondant à chaque couple mis en jeu puis leur somme membre à membre qui représente l'équation de la réaction.

| acide1 + H <sub>2</sub> 0    | <i>&lt;=&gt;</i> | base1 + H <sub>3</sub> O <sup>+</sup> | pka <sub>1</sub> (acide <sub>1</sub> /base <sub>1</sub> )   | pka <sub>1</sub> < pka <sub>2</sub> |
|------------------------------|------------------|---------------------------------------|---|-------------------------------------|
| base2 + H20                  | <i>&lt;=&gt;</i> | acide2 + OH                           | pka <sub>2</sub> (acide <sub>2</sub> /base <sub>2</sub> )   | $K = 10 \text{ (pka}_2$             |
|                              |                  |                                       |   | pka <sub>1</sub> )                  |
| acide1 + base2               | <i>&lt;=&gt;</i> | base1 + acide2                        | K > 1 (réaction est possible)                               | K>10 <sup>4</sup> (réaction         |
|                              |                  |                                       |   | totale)                             |
| Par exemples :               |                  |                                       |   |                                     |
| CH <sub>3</sub> —COOH +      |                  | CII COO: LII O+                       | PKA <sub>1</sub> (CH <sub>3</sub> —COOH / CH <sub>3</sub> — |                                     |
| $H_2O$                       | <i>&lt;=&gt;</i> | $CH_3$ — $COO^- + H_3O^+$             | COO <sup>-</sup> )=4.75                                     |                                     |
| NaOH                         | <i>&lt;=&gt;</i> | Na <sup>+</sup> + HO <sup>-</sup>     | $pka_2 (H_2O / HO^-)=14$                                    |                                     |
| CH <sub>3</sub> —COOH (aq) + |                  | CH <sub>3</sub> —COO-(aq) +           | $K = 10^{9.25} >>> 10^4$ (réaction                          |                                     |
| HO-(aq)                      | $\rightarrow$    | $H_2O$                                | totale)   |                                     |

# b)- réaction d'oxydoréduction

Une réaction d'oxydoréduction (ou redox) correspond à un transfert d'électrons entre la forme réduite  $Red_1$  d'un couple redox ( $Red_1 / Ox_1$ ) vers la forme  $Ox_2$  d'un autre couple redox ( $Red_2 / Ox_2$ ).

| réducteur 1       | <i>&lt;=&gt;</i> | oxydant 1 + n₁e⁻   | (x n2)    |
|-------------------|------------------|--------------------|-----------|
| oxydant 2 + n₂e⁻  | <i>&lt;=&gt;</i> | réducteur 2        | $(x n_1)$ |
|                   |                  |                    | _         |
| n2.réd1 + n1.0x 2 | <i>&lt;=&gt;</i> | n2.0x 1 + n1.réd 2 |           |

Par exemple on veut écrire l'équation de l'oxydation des ions fer (II) par les ions permanganate en milieu acide. On écrira :

Fe<sup>2+</sup> 
$$\langle = \rangle$$
 Fe<sup>3+</sup>+ e<sup>-</sup> (x 5)  
MnO<sub>4</sub><sup>-</sup> + 8H<sup>+</sup> + 5e<sup>-</sup>  $\langle = \rangle$  Mn<sup>2+</sup> + 4H<sub>2</sub>O (x 1)

$$5Fe^{2+} + MnO_4^- + 8H^+$$
 <=>  $5Fe^{3+} + Mn^{2+} + 4H_2O$ 

#### I-2 DEFINITIONS:

La concentration ou le titre peut être s'exprimer de différentes façons.

### a. concentration molaire ou Molarité:

La concentration molaire est le nombre de moles de soluté par litre de solution.

$$C = \frac{\text{Moles de soluté}}{\text{Litres de Solution}} = \frac{n}{V} \quad (\text{ en mol/L})$$

Dans la pratique, la concentration molaire est encore appelée molarité.

Une solution molaire signifie que C= 1mol/L.

Une solution équimolaire signifie que C= 1mol/L.

### b. concentration massique :

La concentration massique, appelé aussi titre pondéral est la masse en grammes de soluté par litre de solution.

$$C' = \frac{\text{Masse de solut\'e}}{\text{Litres de Solution}} = \frac{m}{V} \text{ (en g/L)}$$

La concentration massique d'une solution d'un réactif est liée à sa molarité par la relation suivante :

C' = M C

M étant la masse molaire du réactif.

# I-3 LE TITRAGE VOLUMETRIQUE :

(Voir fiche technique N°8 et N°9)

On utilise couramment le titrage (le dosage) volumétrique pour déterminer la <u>concentration</u> d'une <u>espèce chimique</u> en <u>solution</u> (ou titre d'une solution).

Lors du dosage, il s'effectue une réaction chimique entre le réactif titré et le réactif titrant. Cette réaction porte le nom de réaction de dosage.

Les titrages volumétriques les plus répandus sont les <u>titrages acide-base</u> (titrages acidimétriques); Les titrages base-acide (titrages alcalimétriques); les <u>titrages</u> d'oxydoréductions, de complexation et de précipitation.

Pour cela, on ajoute, à l'aide d'une burette, une solution de concentration connue (le titrant) (N1; V1) à une solution de concentration inconnue (titrée) (N2; V2) jusqu'à ce que la substance à analyser soit tout juste neutralisée (point d'équivalence)

A l'équivalence, le réactif titré et le réactif titrant ont été entièrement consommés.

L'équivalence peut être repérée par :

- Un changement de couleur de milieu réactionnel (fréquent dans les dosages d'oxydoréduction);
- Un changement de couleur d'un indicateur coloré que l'on a introduit dans le milieu réactionnel (indicateur coloré acido-basique pour les dosages acido-basiques).
- Le tracé d'une courbe

De manière générale, l'évolution d'une grandeur physique directement liée à la composition de la solution peut permettre de déterminer l'équivalence ; par exemple, l'évolution du Ph, la variation de température ou la variation de la conductivité.

Soient C1, C2 les concentrations des solutions 1 et 2 ; V1 et V2 les volumes utilisés en  $cm^3$  et p1 et p2 les nombre d'équivalents.

V1 (cm³) de la solution 1 renferme N1. V1/1000 équivalents analytiques

De même, V2 (cm 3) de la solution 2 renferme N2. V2/1000 équivalents analytiques.

Or le nombre d'équivalents mis en jeu est le même pour les deux réactifs lorsque la réaction est complète (point d'équivalence), donc on peut écrire :

# N1. V1 = N2. V2

Relation universelle applicable à tous les dosages directs décrits ici.

Connaissant ainsi N2 (solution à titrer), on calculera :

La concentration molaire : C2 = N2/P2La concentration massique : C'2 = M. C2

#### Exemple:

#### 1 - Enoncé :

Il faut 12 ml de la solution de soude (normalité 0.4 N) pour neutraliser  $10 \text{ cm}^3$  de solution d'acide chlorhydrique ;

Trouver la normalité, la concentration molaire de celle-ci

#### 2 - Données :

3 - Solutions : au point équivalent N1. V1 = N2. V2

N1= 0,40 N

•Puisque N2 = N1. V1/ V2 ; C2 = N2/P2 ; C'2 = M. C2

V1=12 m/

• donc N2 = 0.48 N;

140 40

HCL est un monoacide (p=1) C2=N2=0.48 mol l<sup>1</sup>

V2=10 m/

 $C'2 = M C2 = 36.5 \times 0.48 = 17,52 \text{ g.f}^1$ 

P2 = 1 M(HCl)= 36 ,5 g.mot<sup>1</sup>

# II-MATERIEL EMPLOYE EN VOLUMETRIE

(Voir fiche technique N°3)

Il est important de distinguer deux types de récipients :

✓ Ceux permettant des mesures précises de volumes :

Pipettes, burettes, fioles jaugées.

✓ Ceux permettant d'effectuer des réactions : (tubes à essai, Erlenmeyer, bécher) .contenir des réactifs :( poudriers, flacons) ou mesurer des volumes approximatifs (bécher gradué, éprouvette graduée ou pipette graduée).

Seuls les tubes à essai, les Erlenmeyer et les béchers en pyrex peuvent être portés dans la flamme.

Les pesées des solides s'effectueront généralement dans des verres de montre.

La solubilisation des solides en vue de l'obtention d'une solution de titre connu s'effectuera dans une fiole jaugée.

L'introduction du produit est réalisée au moyen d'un entonnoir suivi d'un jet de pissette. <u>Matériel de précision</u> (Voir fiche technique N°4)

On effectue les dosages volumétriques de préférence dans un Erlenmeyer : c'est un récipient conique en verre pyrex de 100 ml ou de 250 ml .Ce récipient est rincé à l'eau distillée avant emploi au moyen d'une pissette (récipient en matière plastique).

Les mesures de volume se font à l'aide des appareils suivants :

# a) fiole jaugée

La fiole jaugée est un récipient à col étroit comportant un trait de jauge. Il existe plusieurs modèles de volumes différents . Nous utilisons le plus souvent des fioles de 100 ml ou 250 ml.

La fiole jaugée sert à la préparation des solutions titrées ou des dilutions dans un rapport connu. On la rince avant l'emploi à l'eau distillée.

#### b) pipette

Une pipette est un outil qui sert à prélever une solution. Elle peut être en plastique ou en verre. La pipette fonctionne sur le même principe que les pailles : on aspire dans le tube pour aspirer un liquide. Il excite deux types de pipettes : jaugées et graduées.

Les pipettes ont couramment de contenance de 1 à 100 ml.

La dernière goutte retenue par la capillarité dans les pipettes à un trait ne doit pas être soufflé : elle est parfaitement constante avec les solutions aqueuses diluées, habituellement utilisées en analyses.

Une pipette doit toujours être utilisée avec une poire à pipeter.

#### c) burette

Une burette est un instrument de laboratoire permettant le plus souvent d'ajouter au goutte-à-goutte un réactif dans un milieu réactionnel, pour réaliser un dosage

La burette est construite au moyen d'un tube de verre parfaitement cylindrique, gradué extérieurement en dixième de ml. Son volume total est de 25 ou 50 ml .elle est terminé par un robinet prolongé par un tube capillaire.

La lecture sur les burettes doit être effectuée avec soin afin d'éviter les erreurs de parallaxe.

Le liquide dans la burette crée un ménisque concave, quand on fait une mesure, on doit regarder en face du bas du ménisque pour lire la mesure précisément.

# III-EVALUATION DE LA PRECISION DU DOSAGE ET CALCUL D'INCERTITUDE

Les résultats obtenus sont toujours entachés d'une incertitude. Les causes d'erreurs sont diverses et peuvent être classés en deux catégories :

- a) les erreurs qu'on peut minimiser par la répétition des mesures ; elles sont souvent causées par maladresse de l'expérimentateur, instabilité des appareils utilisés et fluctuation des conditions ambiantes.
- b) Les erreurs systématiques : défaut d'étalonnage, défaut de fabrication, défaut de la méthode utilisée. Ces erreurs peuvent être évaluées.

Il faut donc toujours évaluer les incertitudes commises sur la mesure des volumes et faire un calcul d'erreurs avant présentation finale des résultats.

### III- 1 Incertitude absolue

Elle définit une plage de valeur dans laquelle on est sûr de trouver la valeur exacte.

Si on écrit :  $Y = X \pm \Delta X$  cela veut dire que :  $X - \Delta X \le Y \le X + \Delta X$ 

Lorsqu'on a une somme ou une différence de valeurs, l'incertitude absolue est la somme des incertitudes absolues de chaque valeur. Notez bien qu'on ne retranche jamais une incertitude. Si Y s'écrit Y = X1 + X2 - X3 on a :  $\Delta Y$  = $\Delta X1$  +  $\Delta X2$  +  $\Delta X3$ 

L'incertitude absolue a la même unité que la valeur.

Exemple: Na .Va = Nb.Vb => Na = (Nb.Vb) /Va

Si on applique la fonction Log à cette égalité on a :

Log(Na) = log [(Nb.Vb)/Va] => Log(Na) = Log(Nb) + Log(Vb) - Log(Va)

On dérive on a :  $\Rightarrow$  (dNa)/Na = (dNb)/Nb + (dVb)/Vb - (dVa)/Va

On passe pour les incertitudes :  $(\Delta Na)/Na = (\Delta Nb)/Nb + (\Delta Vb)/Vb - (\Delta Va)/Va$ 

Remarque: Pour f=Kg (avec K est une constante) on  $df=Kdg \Rightarrow \Delta f=K\Delta g$ .

Exemple:  $C' = M C \implies \Delta C' = M \Delta C$ .

#### III-2 Incertitudes relatives

C'est un facteur de proportionnalité permettant de communiquer entre différents unités.

Elle est notée :  $\Delta Y/Y$  Et n'a aucune unité.

# Fiche technique 1

#### 1. La Sécurité au laboratoire de chimie

#### Règles de sécurité lors des TP de chimie :

Au cours des séances de TP de chimie de l'année, les étudiants sont amenés à :

- \* utiliser de la verrerie fragile (pipette, burette, fiole jaugée...),
- \* des appareils de chauffage (plaque chauffante...),
- \* des produits chimiques (acides et bases relativement concentrés ; toxiques ; irritants ;...).

Il est impératif pour la sécurité des personnes et du matériel qu'une grande discipline comportementale et une grande rigueur expérimentale soient respectées des étudiants.

- \* Le port de la blouse en coton est obligatoire.
- Les étudiants ne doivent pas s'habiller ou de se déshabiller devant les paillasses mais au fond de la salle par exemple.
- Les habits ne doivent pas être mis sur ou à côté des paillasses. Ils doivent être accrochés à un endroit où ils ne risquent rien.
- \* Les étudiants doivent manipuler avec la blouse fermée.
- Tous les vêtements flottants (écharpes ou autres) doivent être enlevés. Les cheveux longs doivent être attachés
- \* <u>Les étudiants ne doivent prendre que le minimum d'affaires sur la paillasse.</u>
- On ne doit jamais manipuler au-dessus d'un classeur ouvert.
- \* Les sacs doivent être rangés sous les paillasses.
- Aucun objet ne doit encombrer les allées.
- \* Les étudiants doivent toujours manipuler debout.
- Les tabourets ou les chaises doivent être rangés sous la paillasse afin de ne pas encombrer les allées.
- \* Le déplacement des étudiants dans le laboratoire est réduit au minimum.
- \* Tout étudiant doit penser à sa propre sécurité et aussi à celle de ses camarades.
- \*Toujours observer les pictogrammes figurant sur les étiquètes utilisés et respecter les consignes de sécurité correspondantes. (Se reporter à fiche technique N)
- \* <u>Pour chaque manipulation présentant un risque potentiel, les étudiants doivent mettre des gants et des lunettes de protection.</u>
- Pour certaines manipulations dangereuses, même les personnes portant des lunettes correctives doivent se munir de lunettes de protection supplémentaires.
- Pour certains solvants, il faut mettre des gants spécifiques.
- \*Ne jamais prendre de produits solides avec les doigts, utiliser des spatules.
- \*Reboucher tout flacon après usage.
- \* Ne pas se toucher le visage ou toute autre partie du corps au cours de la manipulation.
- \* Toute manipulation dangereuse doit être réalisée sous une hotte ventilée, avec vitres protectrices.
- \* Le port de lentilles de contact est déconseillé au laboratoire.
- De nombreux produits volatils (hydracides, dérivés halogénés) peuvent se dissoudre dans le liquide lacrymal sur lequel surnage la lentille et provoquer des irritations importantes.

#### Manipuler correctement:

Le pipetage à la bouche est à proscrire, même pour des produits réputés peu nocifs.

- \* Ne mettre que 2 à 3 ml de réactifs dans un tube à essai.
- \*Ne pas chercher à reconnaitre un gaz à son odeur.
- \*Ne jamais verser de l'eau dans un acide concentré, mais toujours de l'acide dans l'eau.
- \* Ne jamais refroidir brutalement un récipient en verre chaud.
- \* Les paillasses doivent être constamment propres.
- \* Ne pas jeter à l'évier n'importe quel produit chimique.
- \* Toujours se laver les mains après avoir manipulé un produit chimique et en fin de TP.
- \* A la fin de chaque TP, il convient de nettoyer le matériel ("vaisselle") et la paillasse puis de tout ranger.

# <u>Fiche technique</u>

# 2.Pictogramme en chimie

Ancien Système

Nouveau Système (Fin 2010)





#### **EXPLOSIF**

Substance susceptible d'exploser sous certaines conditions définies.

#### PRECAUTIONS

Une telle substance doit être manipulée avec beaucoup de précautions. Elle se révèle souvent très imprévisible. Eviter les chocs et les frictions. Tenir éloigné des flammes et étincelles.

#### FACILEMENT INFLAMMABLE





Substance qui s'enflamme facilement. Danger d'incendie. PRECAUTIONS

Manipuler loin de toute flamme ou étincelle. Un tel produit doit être conservé à l'abri de la chaleur dans une zone ventilée et éloignée de tout comburant. Bien se renseigner sur ce type de produits avant leur utilisation : certains peuvent s'enflammer au contact de l'eau ou même de l'air. EQUIPEMENT OBLIGATOIRE :

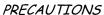
- Blouse en coton





### COMBURANT

Substances facilitant les combustions. Les substances comburantes peuvent embraser des produits combustibles et/ou amplifier un feu existant, rendant ainsi son extinction difficile.



Une substance comburante n'est pas forcement dangereuse en soit. Elle n'est pas inflammable, mais c'est elle qui permet à un composé inflammable de brûler. De ce fait, une substance comburante ne doit jamais être conservée à proximité de substances combustibles.





SGH 03

#### FORTE PRESSION

Gaz ou liquide sous pression.

PRECAUTIONS



Le stockage de tels produits requiert une attention toute particulière. Il y a en effet risque d'explosion sous l'effet de la chaleur. D'autre part, les gaz liquéfiés réfrigérés peuvent aussi être responsables de brûlures ou de blessures liées au froid (brûlures et blessures cryogéniques).

EQUIPEMENT OBLIGATOIRE:

- Lunettes de protection (même au-dessus de lunettes de vue)
- Gants épais offrant une protection contre le froid
- Blouse en coton

#### **CORROSIF**

Substance corrosive : elle attaque et ronge différents matériaux et notamment les tissus organiques.

#### **PRECAUTIONS**

Ne pas respirer les vapeurs de ce produit, et éviter tout contact avec les yeux, la peau et les vêtements.

#### EQUIPEMENT OBLIGATOIRE :

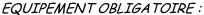
- Lunettes de protection (même au-dessus de lunettes de vue)
- Gants en latex
- Blouse en coton

#### TOXICITE AIGUE

Substance dangereuse pour la santé par inhalation, ingestion ou simple contact cutané.

#### PRECAUTIONS

Un tel produit ne doit pas être respiré ni goutté. Il ne doit pas entrer en contact avec la peau ou les yeux. Il est impératif d'éviter tout contact avec le corps humain. Le nonrespect de ces consignes peut entraîner la mort ou la possibilité de dommages irréversibles par exposition unique, répétée ou prolongée. Consulter immédiatement un médecin en cas de malaise.



- Lunettes de protection (même au-dessus de lunettes de vue)
- Gants en latex
- Blouse en coton
- Hotte aspirante



SGH 05

SGH 06

#### NOCIF (Nn) ou IRRITANT (Xi)

Substance pouvant donner lieu à des risques d'atteinte à la santé moins importants que les substances toxiques et pouvant provoquer une somnolence, des allergies, des vertiges ou encore pouvant irriter la peau, les yeux et les voies respiratoires.

#### PRECAUTIONS

Un tel produit ne doit pas être inhalé ou ingéré. Il ne doit pas entrer en contact avec la peau ou les yeux. Il est impératif d'éviter tout contact avec le corps humain. Le non-respect de ces consignes peut entraîner la possibilité de dommages irréversibles par exposition unique, répétée ou prolongée. Consulter immédiatement un médecin en cas de malaise. EQUIPEMENT OBLIGATOIRE :

- Lunettes de protection (même au-dessus de lunettes de vue)
- Gants en latex
- Blouse en coton
- Hotte aspirante



Xn ou Xi



SGH 07

#### DANGER POUR LA SANTE

Substance pouvant modifier plus ou moins gravement le bon fonctionnement de l'organisme.

#### **PRECAUTIONS**

Une telle substance peut être allergène, cancérigène, mutagène et peut entrainer une mort fœtale. Elle peut aussi provoquer un dysfonctionnement grave et parfois mortel de certains organes internes (foie, système nerveux, cœur, voies respiratoires, fonctions sexuelles...). Un tel produit ne doit jamais être manipulé en cas de grossesse. Il ne doit pas être inhalé ou ingéré. Il ne doit pas entrer en contact avec la peau ou les yeux. Il est impératif d'éviter tout contact avec le corps humain. Le non-respect de ces consignes peut entraîner la possibilité de dommages irréversibles par exposition unique, répétée ou prolongée. Consulter immédiatement un médecin en cas de malaise.



- Lunettes de protection (même au-dessus de lunettes de vue)
- Gants en latex
- Blouse en coton
- Hotte aspirante







SGH 09

#### **POLLUANT**

Substance dangereuse pour l'environnement. PRECAUTIONS

Une telle substance ne doit pas être rejetée dans les eaux usées (lavabo, WC, etc.). Elle doit être récupérée après utilisation. Contacter une entreprise chargée de l'élimination des déchets polluants.

#### BIORISQUE

Matériel organique présentant des risques biologiques parce qu'étant potentiellement infectieux (sang, salive, cultures de bactéries, restes de dissection...)

#### **PRECAUTIONS**

Eviter tout contact avec la peau ou les yeux.

Il s'agit en général de déchets destinés à être incinérés. EQUIPEMENT OBLIGATOIRE :

- Lunettes de protection (même au-dessus de lunettes de vue)
- Gants en latex
- Blouse en coton





# Fiche technique 3

# 3. Matériel de laboratoires de chimie

| Un Erlenmeyer 250 ml  Un bécher 250 ml  Un bécher 100 ml  Une poire à pipeter  Une fiole 250 ml  Une fiole 100 ml  Une pissette  Une burette 25 ml  Une spatule  Une éprouvette 100 ml  Une éprouvette 100 ml  Une éprouvette 25 ml  Une sonde de température  Une sonde de température  Une calorimètre  Statif excentrique | 3. <u>Materi</u>                              | <u>ei de laboratoil</u> | res de Chimie        |  |  |  |  |
|--|---|-------------------------|----------------------|--|--|--|--|
| Une poire à pipeter  Une poire à pipeter  Une pipette 10 ml  Une pipette 10 ml  Une pipette 10 ml  Une éprouvette 25 ml  Une éprouvette 25 ml  Une éprouvette 10 ml  | 150   | Un bécher 250 ml        |                      |  |  |  |  |
| Une poire à pipeter  Une pissette  Une pissette  Une pipette 10 ml  Une éprouvette 100 ml  Une éprouvette 25 ml  Une éprouvette 10 ml  |   | 3.1. 233.161 233 11.1   |                      |  |  |  |  |
| Une pipette 10 ml  Une pipette 10 ml  Une éprouvette 25 ml  Une éprouvette 10 ml  Une éprouvette 10 ml   | Aspirer le liquide  Laisser tomber le liquide |                         |                      |  |  |  |  |
| Une pipette 10 ml  Une pipette 10 ml  Une éprouvette 25 ml  Une éprouvette 10 ml  Une éprouvette 10 ml   | Une poire à pipeter                           | Une fiole 250 ml        | Une fiole 100 ml     |  |  |  |  |
| Une pipette 10 ml  Une balance  Une spatule  Une éprouvette 100 ml  Une éprouvette 25 ml  Une éprouvette 10 ml   |   |                         | U                    |  |  |  |  |
| Une éprouvette 100 ml  Une éprouvette 25 ml  Une éprouvette 10 ml  | Un entonnoir                                  | Une pissette            | Une burette 25 ml    |  |  |  |  |
| Une éprouvette 100 ml  Une éprouvette 25 ml  Une éprouvette 10 ml  |   |                         |                      |  |  |  |  |
| Une éprouvette 100 ml  Une éprouvette 25 ml  Une éprouvette 10 ml  Porte-burette  Checkleng 1  | Une pipette 10 ml                             | Une balance             | Une spatule          |  |  |  |  |
| Checkleng 1  |   |                         | DOUBLE STREET        |  |  |  |  |
| Checktomp 1  | Une éprouvette 100 ml                         | Une éprouvette 25 ml    | Une éprouvette 10 ml |  |  |  |  |
| Une sonde de température Un calorimètre Statif excentrique   | 153   |                         | <u> </u>             |  |  |  |  |
|  |   | Lin colonimàtro         | Statif avcontnique   |  |  |  |  |

**Page - 13** 

# 4. <u>Préparation et utilisation de certaines verreries</u>

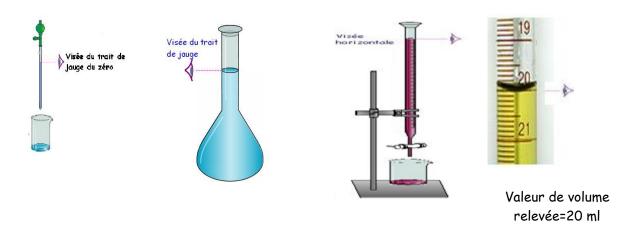
# Préparation du bécher

Une solution ne doit jamais être prélevée directement dans le flacon le contenant, un bécher intermédiaire doit être utilisé.

Si le bécher est propre et sec, il suffit de le rincer avec quelques millilitres de solution (jeter cette solution). Sinon laver le bécher, le rincer à l'eau distillée, puis le rincer avec la solution comme précédemment

# <u>a) Le ménisque</u>

Pour lire un volume ou pour ajuster un liquide au niveau d'un trait de jauge, il faut que la partie inférieure du ménisque soit au niveau du trait de jauge.



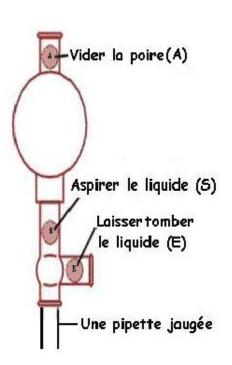
<u>Pro pipettes, poire de prélèvement</u> Ils servent à <u>éviter</u> de pipeter avec la bouche. Les solutions sont prélevées dans la pipette par aspiration.

### Manipulation\_:

Cette poire est à poser sur la partie supérieure de la pipette, il n'est pas nécessaire de l'enfoncer.

on vide la poire par une pression sur A, on place sur la pipette, on aspire par une pression sur S jusqu'au niveau de jauge, et on vide le prélèvement par une pression sur E.

Remarque : Après usage, pro pipettes et poires de prélèvement doivent toujours être gardées gonflées.



# b) Préparation et utilisation d'une pipette

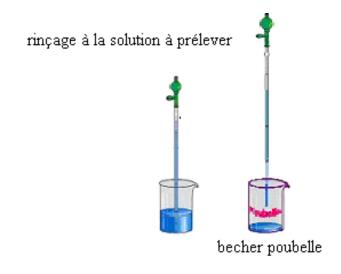
Il existe des pipettes jaugées à un trait, des pipettes jaugées à deux traits ainsi que des pipettes graduées.

Une pipette doit toujours être utilisée avec une poire à pipeter.

Si la pipette est sale, la rincer à l'eau distillée, essuyer la pointe de la pipette et absorber les quelques gouttes d'eau contenues dans la pipette à l'aide de papier absorbant.

Dans tous les cas, rincer la pipette avec la solution en prélevant quelques millilitres de solution (sur une hauteur de 5 cm environ), incliner la pipette à l'horizontale, enlever la poire d'aspiration et faire tourner la pipette sur elle-même.

Vider la pipette, jeter la solution.



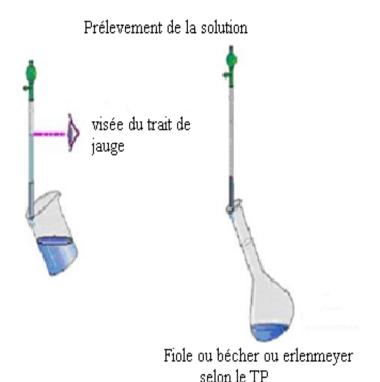
# <u>Procéder au prélèvement</u> :

Aspirer le liquide jusqu'à environ 1 cm audessus du trait de jauge.

Ajuster la pipette au trait de jauge en tenant la pipette verticalement (le niveau du liquide étant à la hauteur des yeux) et en appuyant la pointe contre la paroi du bécher incliné à 45° sans la tremper dans la solution.

Vider dans le récipient le contenu de la pipette complètement (pipette à un trait), en tenant la pipette verticalement, pointe de la pipette contre la paroi du récipient prévu pour le prélèvement.

Laisser s'écouler totalement le contenu.



# c) Préparation d'une burette

Rincer la burette à l'eau distillée en versant quelques millilitres d'eau distillée puis en vidant. *Figure 1 ci-dessous*.

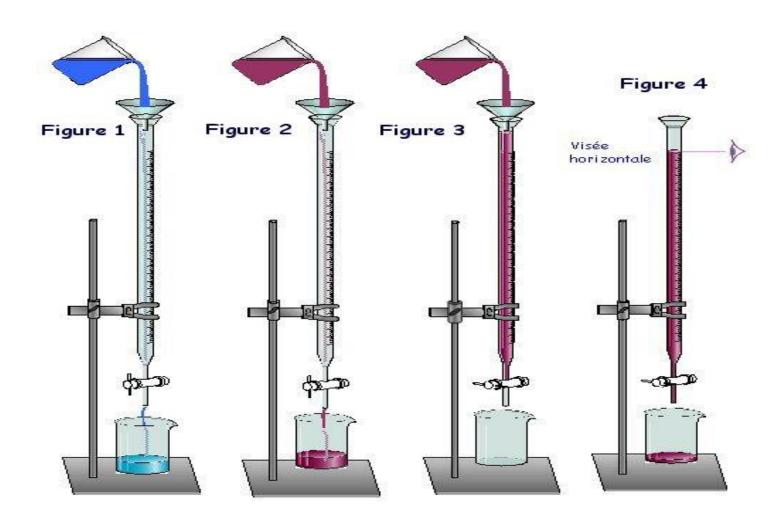
Rincer ensuite la burette avec la solution. Pour ce faire : une fois la burette complètement vidée de l'eau distillée, ajouter quelques millilitres de solution (10 ml au maximum pour une burette de 25 ml) en veillant à ce que celle-ci mouille uniformément la paroi de la burette sans former de gouttelettes.

Vider la burette complètement et renouveler l'opération une seconde fois. *Figure 2.* fermer le robinet et remplir la burette avec la solution jusqu'à environ 2 cm au-dessus du zéro.

Avant d'ajuster le zéro, vérifier que la burette ne contient plus de bulle d'air, en particulier sous le robinet ; si c'est le cas, " chasser " la bulle. *Figure 3.* 

Ajuster le zéro. Figure 4.

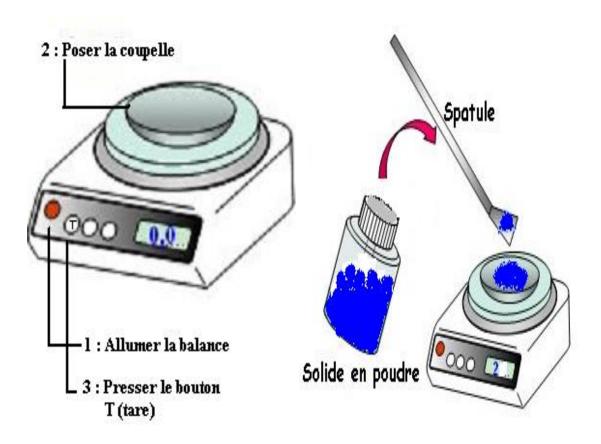
Pendant toutes ces opérations, on place un bécher "poubelle" sous la burette



#### Fiche technique5

# 5. Comment peser une quantité de solide

Peser la quantité de solide : poser la coupelle de pesée sur la balance et faire la tare. À l'aide d'une spatule mettre la masse désirée de solide dans la coupelle. Noter si nécessaire la masse précisément pesée. Il ne doit pas y avoir de solide sur la balance après la pesée.



Remarque: 1\* laisser toujours la balance propre et fermer le flacon après chaque usage.

# Fiche technique 6

|        | 1                                  | 2  | 3   | 4                                   | 5                                    | 6                                  | 7                                   | 8                                   | 9                                  | 10                                   | 11                                | 12                                   | 13                                 | 14                                 | 15                                  | 16                                  | 17                                 | 18                    |
|--------|------------------------------------|--|---|-------------------------------------|--------------------------------------|------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|------------------------------------|--------------------------------------|-----------------------------------|--------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|------------------------------------|-----------------------|
| K 1    | Hydrogène<br>1 <b>H</b><br>1,0079  | État physique, à 20 °C, de l'élément à l'état de corps pur : X : solide X : liquide X : gaz X : élément artificiel |   |                                     |                                      |                                    |                                     |                                     |                                    |                                      |                                   |                                      |                                    |                                    |                                     | Héliun<br>2 <b>H</b> é<br>4,0026    |                                    |                       |
| L<br>2 | Lithium<br>3 <b>Li</b><br>6,941    | Beryllium<br>4 Be<br>9,0122  | 4 Be Colonne 2 : alcalinoterreux 5 B 6 C 7 N 8 O  |                                     |                                      |                                    |                                     |                                     |                                    |                                      |                                   |                                      |                                    |                                    | Fluor<br>9 <b>F</b><br>18,998       | Néor<br>10 N<br>20,18               |                                    |                       |
| M<br>3 | Sodium<br>11 Na<br>22,990          | Magnésium<br>12 Mg<br>24,305   | agnésium 2 Mg  M ← Masse molaire atomique (en g.mol <sup>-1</sup> )  Colonne 17: halogènes  Aluminium 13 Al 14 Si 15 P 16 S |                                     |                                      |                                    |                                     |                                     |                                    |                                      |                                   |                                      |                                    | Chlore<br>17 Cl<br>35,453          | Argo<br>18 A<br>39,94               |                                     |                                    |                       |
| N<br>4 | Potassium<br>19 <b>K</b><br>39,098 | Calcium<br>20 <b>Ca</b><br>40,078  | Scandium<br>21 <b>Sc</b><br>44,956  | Titane<br>22 <b>Ti</b><br>47,867    | Vanadium<br>23 <b>V</b><br>50,942    | Chrome<br>24 <b>Cr</b><br>51,996   | Manganèse<br>25 <b>Mn</b><br>54,938 | Fer<br>26 <b>Fe</b><br>55,845       | Cobalt<br>27 <b>Co</b><br>58,933   | Nickel<br>28 <b>Ni</b><br>58,693     | Cuivre<br>29 <b>Cu</b><br>63,546  | Zinc<br>30 <b>Zn</b><br>65,409       | Gallium<br>31 <b>Ga</b><br>69,723  | Germanium<br>32 <b>Ge</b><br>72,64 | Arsenic<br>33 <b>As</b><br>74,922   | Selenium<br>34 <b>Se</b><br>78,96   | Brome<br>35 Br<br>79,904           | 36 <b>K</b><br>83,79  |
| 5      | Rubidium<br>37 <b>Rb</b><br>85,468 | Strontium<br>38 <b>Sr</b><br>87,62   | Yttrium<br>39 <b>Y</b><br>88,906  | Zirconium<br>40 <b>Zr</b><br>91,224 | Niobium<br>41 <b>Nb</b><br>92,906    | Molybdène<br>42 <b>Mo</b><br>95,94 | Technétium<br>43 Te<br>(97,9)       | Ruthénium<br>44 <b>Ru</b><br>101,07 | Rhodium<br>45 <b>Rh</b><br>102,91  | Palladium<br>46 <b>Pd</b><br>106,42  | Argent<br>47 <b>Ag</b><br>107,87  | Cadmium<br>48 <b>Cd</b><br>112,41    | Indium<br>49 <b>In</b><br>114,82   | Étain<br>50 <b>Sn</b><br>118,71    | Antimoine<br>51 <b>Sb</b><br>121,76 | Tellure<br>52 <b>Te</b><br>127,60   | Iode<br>53 <b>I</b><br>126,90      | Xéno<br>54 X<br>131,2 |
| P<br>6 | Césium<br>55 <b>Cs</b><br>132,91   | Baryum<br>56 <b>Ba</b><br>137,33   | *<br>La à Lu  | Hafnium<br>72 <b>Hf</b><br>178,49   | Tantale<br>73 <b>Ta</b><br>180,95    | Tungstène<br>74 <b>W</b><br>183,84 | Rhénium<br>75 <b>Re</b><br>186,21   | Osmium<br>76 <b>Os</b><br>190,23    | Iridium<br>77 <b>Ir</b><br>192,22  | Platine<br>78 <b>Pt</b><br>195,08    | Or<br>79 <b>Au</b><br>196,97      | Mercure<br>80 Hg<br>200,59           | Thallium<br>81 <b>T1</b><br>204,38 | Plomb<br>82 <b>Pb</b><br>207,2     | Bismuth<br>83 <b>Bi</b><br>208,98   | Polonium<br>84 Po<br>(209)          | Astate<br>85 <b>At</b><br>(210)    | 86 R<br>(222          |
| Q<br>7 | Francium<br>87 Fr<br>(223)         | Radium<br>88 <b>Ra</b><br>(226)  | **<br>AcàLr   | Rutherfordium<br>104 Rdf<br>(261)   | Dubnium<br>105 IDIb<br>(262)         | Seaborgium<br>106 Sg<br>(266)      | Bohrium<br>107 IBIh<br>(264)        | Hassium<br>108 IHLa<br>(277)        | Meitnerium<br>109 EMIC<br>(268)    | Darmstadtium<br>110 De<br>(271)      | Unununium<br>111 Uum<br>(272)     | Ununbium<br>112 Umb<br>(285)         |                                    | Ununquadium<br>114 Umq<br>(289)    |                                     |                                     |                                    |                       |
|        |                                    |  | Lanthane<br>57 La<br>138,91   | Cérium<br>58 <b>Ce</b><br>140,12    | Praséodyme<br>59 <b>Pr</b><br>140,91 | Néodyme<br>60 <b>Nd</b><br>144,24  | Prométhium<br>61 IPmm<br>(145)      | Samarium<br>62 <b>Sm</b><br>150,36  | Europium<br>63 <b>Eu</b><br>151,96 | Gadolinium<br>64 <b>Gd</b><br>157,25 | Terbium<br>65 <b>Tb</b><br>158,93 | Dysprosium<br>66 <b>Dy</b><br>162,50 | Holmium<br>67 <b>Ho</b><br>164,93  | Erbium<br>68 <b>Er</b><br>167,26   | Thulium<br>69 <b>Tm</b><br>168,93   | Ytterbium<br>70 <b>Yb</b><br>173,04 | Lutétium<br>71 <b>Lu</b><br>174,97 |                       |
|        |                                    | **   | Actinium<br>89 Ac<br>(227)  | Thorium<br>90 <b>Th</b><br>232.04   | Protactinium<br>91 Pa<br>231,04      | Uranium<br>92 U<br>238,03          | Neptunium<br>93 Np<br>(237)         | Plutonium<br>94 IPm<br>(244)        | Américium<br>95 Amn<br>(243)       | Curium<br>96 Cum<br>(247)            | Berkélium<br>97 IBlk<br>(247)     | Californium<br>98 Cal<br>(251)       | Einsteinium<br>99 IE&<br>(252)     | Fermium<br>100 IFmm<br>(257)       | Mendelevium<br>101 Midl<br>(258)    | Nobelium<br>102 No<br>(259)         | Lawrencium<br>103 Lar<br>(262)     |                       |

#### TRAVAUX PRATIQUES

#### **CALORIMETRIE**

#### ETUDE DES ENTHALPIES DE DISSOLUTION ET DE NEUTRALISATION

#### INTRODUCTION

La calorimétrie contribue de façon essentielle, par la détermination des énergies mises en jeu, à la compréhension des phénomènes. La calorimétrie présente du point de vue théorique une grande simplicité, il s'agit en fait d'une mesure directe de l'énergie totale libérée ou acquise par un système au cours d'une réaction.

#### I. LOI DE LA CALORIMETRIE

Il s'agit en fait du principe de la conservation de l'énergie. On assimile l'ensemble : enceinte réactionnelle et réactifs à un système isolé. Si une réaction se produit qui libère de la chaleur, la mesure de la variation de température de l'ensemble du système permet, à partir des chaleurs massiques d'évaluer la chaleur dégagée.

#### Application de la calorimétrie

A condition de disposer d'un appareillage approprié, la calorimétrie s'applique à l'étude de tous les phénomènes qui mettent en jeu des échanges de chaleur (réactions chimiques, combustion, explosion, dissolution, changements d'états, adsorption...). On peut déterminer les enthalpies de réaction, c'est à dire les chaleurs de réaction à pression constante.

#### II. APPAREILLAGE

L'appareillage comprend essentiellement une enceinte thermiquement isolée de l'extérieur (enceinte adiabatique) et un dispositif de mesure de la température. Voir le schéma ci-dessous.

#### Précautions

- Nécessité de bien fixer le couvercle du calorimètre pour que celui-ci soit autant que possible isolé thermiquement.
- Prendre soin des thermomètres de précision.
- Bien agiter les solutions pour avoir une température identique en tout point.

#### MANIPULATION N° 1

# Enthalpie de dissolution d'un sel.

#### 1.But

Déterminer expérimentalement l'enthalpie de dissolution d'un sel.

#### 2. Principe

Une masse connue m de la substance à étudier, de masse molaire M est placé dans une masse  $m_0$  d'eau à la température T .la substance se dissout en provoquant une variation de température  $\Delta T$ .

#### 3. Calcul de l'enthalpie

En négligeant la chaleur massique du calorimètre simplifié et de ses accessoires, la chaleur dégagée ou absorbée n moles est :

 $Q = C \Delta T m_0$ 

Q : Quantité de chaleur.

C : chaleur massique de la solution assimilée à celle de l'eau (4,18 J/g/K).

 $\Delta T$ : variation de la température.

m<sub>0</sub>: masse de l'eau.

L'enthalpie molaire de dissolution à pression constante est :

 $\Delta H = -Q/n = -C \Delta T \text{ mo } M(KCL)/m(KCL)$ 

M: masse molaire de KCl (74,6 g/mol).

m<sub>(KCL)</sub>: masse choisie.

#### 4. Manipulations

- 1. Peser le bécher du calorimètre (masse m1).
- 2. Verser 300 millilitres d'eau dans le bécher du calorimètre à l'aide de l'éprouvette graduée.
- 3. Peser ensuite l'ensemble (masse m2), la masse d'eau est :  $m_0$ =  $m_2$   $m_1$ .
- 4. Placer la sonde de température dans le bécher du calorimètre.
- 5. À l'aide de la sonde de température mesurer la température de l'eau toutes les minutes pendant trois minutes, pendant ce temps peser avec précision environ 5 g de KCl sur papier glacé.
- 6. Introduire rapidement KCl dans le calorimètre, on notant l'heure continue de noter toutes les minutes la température ; on constate qu'elle baisse. Au bout d'un certain temps on note une remontée lente.

#### 5. Résultats

- a) Noter toutes les minutes les différentes températures T en fonction du temps (avant, pendant et après l'addition de KCl)
- b) Tracer le graphe T=f (temps) et déterminer  $\Delta T$ .
- c) En déduire  $\Delta H$  et l'incertitude  $\Delta$  ( $\Delta H$ ).

# **Dosage acido-basique**

#### 1. Principe

Au cours d'un dosage volumétrique, l'évolution de la température de la solution est suivie, ce qui nécessite que la réaction de dosage ne soit pas athermique : les dosages acido-basiques sont exothermiques.

Les réactions sont classiquement effectuées dans un calorimètre ; la chaleur dégagée ou absorbée est proportionnelle à la quantité de réactif ajouté.

Si l'on peut considérer que la capacité calorifique reste sensiblement constante (grand volume initial, réactif ajouté concentré, pour pouvoir négliger les variations des volumes...), le graphe de la courbe est voisin d'une droite de pente positive ou négative ; ceci est particulièrement vrai au voisinage de point d'équivalence.

Après ce point, il n'y a plus de réaction.

La température reste pratiquement constante ou varie lentement si l'isolation thermique n'est pas excellente et avec l'addition des réactifs plus froid.

L'agitation doit être homogène à vitesse modérée.

#### 2. Remarque:

Les réactifs doivent être à la même température dans la mesure du possible.

L'addition d'une grande quantité d'eau à la prise d'essai pour limiter les variations relatives des volumes, diminue l'élévation de température, ce qui diminue la précision du dosage. L'élévation de température n'étant que quelques degrés, il est préférable d'utiliser des

thermomètres au dixième au mieux de centième de degrés.

#### 3. <u>Détermination des enthalpies de réaction acido-basique</u>

La chaleur de réaction acido-basique est calculée à partir de la variation de température d'un système isolé. Nous admettons que l'isolation est assez bonne pour pouvoir négliger les fuites thermiques ; de plus nous négligeront les capacités calorifiques du Bécher intérieur contenant les réactifs, de la sonde thermométrique et du barreau aimanté.

En fin, nous prendrons pour chaleur massique des solutions celle de l'eau (C= 4,18 J/g/K). Et pour masse volumique des solutions ( $\rho = 1g / ml$ ).

L'enthalpie molaire de réaction est  $\Delta_r H^{\bullet} = -Q/n$ , Q est la chaleur de réaction pour n moles d'un réactif.

Au point d'équivalence, le volume total de la solution est V=V0+Ve, avec V0 est le volume de la solution acide utilisé, Ve est le volume déterminé au point d'équivalence.

L'élévation de la température est  $\Delta T = Tf - Ti$ 

La chaleur produite est  $Q = \rho C (V0+Ve) (Tf-Ti)$ 

Le nombre de moles mais en jeu dans la réaction est : **n=Ve CNaOH.10-3 mol**, avec CNaOH est la concentration de NaOH.

La concentration de l'hydroxyde de sodium

L'enthalpie molaire de réactive est :

$$\Delta_r H^{\bullet} = -Q/n = -\rho C (V_0 + V_e) (Tf - Ti) / Ve C_{NaOH}.10^{-3}$$

#### 4. Manipulation

# a) Mode opératoire

- 1. mettre 90 millilitres d'eau distillée dans un calorimètre.
- 2. ajouter 10 millilitres d'acide chlorhydrique environ molaire.
- 3. doser la solution ainsi préparée par la soude exactement molaire.
- 4. mesurer la température au cours du dosage avec un thermomètre à affichage au centième.

#### b) Résultats

- 1. tracer la courbe  $T = f(V_{NaOH})$ .
- 2. déterminer Ve et  $\Delta T$ =Tf-Ti.
- 3. déduire le titre exact de HCl.
- 4. calculer l'enthalpie molaire de la réaction.
- 5. calculer l'incertitude sur l'enthalpie molaire.