

Erwan Beauvineau • Jeanne-Laure Dormieux
Christophe Honnorat • Émilie Ramel

Chimie

TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

CPGE scientifiques et Concours

Travaux pratiques



Fiches méthode et conseils
pour acquérir les bons réflexes



11 sujets de TP guidés
avec les questions possibles
du jury



**29 fiches techniques et
démarches expérimentales**
accompagnées de + de 250 photos
et schémas explicatifs



20 VIDÉOS
de TP pas à pas

Vuibert

Chimie

TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

CPGE scientifiques et Concours

Travaux pratiques

Erwan Beauvineau est professeur en BTS « Métiers de la chimie » au lycée Pierre-Gilles-de-Gennes, ENCPB à Paris.

Jeanne-Laure Dormieux est professeure en BTS « Métiers de la chimie » au lycée d'Arsonval à Saint-Maur-des-Fossés.

Christophe Honnorat est professeur en BTS « Métiers de la chimie » au lycée d'Arsonval à Saint-Maur-des-Fossés.

Émilie Ramel est professeure au lycée Notre-Dame-Les-Oiseaux à Verneuil-sur-Seine.



Vidéos en ligne

Sommaire des vidéos en ligne

Fiche 1. Réaliser une pesée

Fiche 2. Réaliser une solution de concentration connue

Fiche 3. Réaliser une dilution

Fiche 5. Suivre un titrage par détection visuelle

Fiche 6. Suivre un titrage par pH-métrie

Fiche 7. Suivre un titrage par conductimétrie

Fiche 8. Suivre un titrage par potentiométrie

Fiche 10. Exploiter un dosage par gamme d'étalonnage

Fiche 12. Réaliser un montage à reflux

Fiche 13. Utiliser un Dean-Stark

Fiche 14. Réaliser une extraction liquide-liquide

Fiche 15. Laver une phase organique

Fiche 16. Sécher une phase organique

Fiche 17. Utiliser un évaporateur rotatif

Fiche 18. Réaliser une distillation fractionnée

Fiche 19. Réaliser une filtration sous vide

Fiche 21. Réaliser une chromatographie sur couche mince (CCM)

Fiche 22. Mesurer un indice de réfraction

Fiche 23. Utiliser un banc Kofler

Fiche 26. Réaliser un spectre infrarouge

ISBN : 978-2-311-40529-3

Conception de couverture : Hung Ho Thanh

Conception LaTeX et mise en page : Sébastien Mengin

La loi du 11 mars 1957 n'autorisant aux termes des alinéas 2 et 3 de l'article 41, d'une part, que les « copies ou reproductions strictement réservées à l'usage privé du copiste et non destinées à une utilisation collective » et, d'autre part, que les analyses et les courtes citations dans un but d'exemple et d'illustration, « toute représentation ou reproduction intégrale, ou partielle, faite sans le consentement de l'auteur ou de ses ayants droit ou ayants cause, est illicite » (alinéa 1^{er} de l'article 40). Cette représentation ou reproduction, par quelque procédé que ce soit, constituerait donc une contrefaçon sanctionnée par les articles 425 et suivants du Code pénal. Des photocopies payantes peuvent être réalisées avec l'accord de l'éditeur. S'adresser au Centre français d'exploitation du droit de copie : 20 rue des Grands Augustins, F-75006 Paris.

Tél. : 01 44 07 47 70

© Vuibert – avril 2019 – 5 allée de la 2^e DB, 75015 Paris

SOMMAIRE

Partie 1. Fiches méthode 7

Fiche A La sécurité au laboratoire, 9

Se comporter de façon sûre dans un laboratoire, 9

La manipulation des produits chimiques, 11

En conclusion : « Tout est poison, rien n'est poison, c'est la dose qui fait le poison » Paracelse, 15

Après la manipulation, 15

Les questions à se poser, 16

Fiche B La verrerie disponible au laboratoire, 21

Choix et utilisation de la verrerie, 21

Classification de la verrerie, 24

Fiche C Rédiger un compte-rendu de TP, 25

La rédaction, 25

Expression des résultats – notion d'incertitude, 26

Les appels, 27

Le cahier de laboratoire, 27

Partie 2. Fiches techniques et démarches expérimentales 29

Fiche 1 Réaliser une pesée, 31

Fiche 2 Réaliser une solution de concentration connue, 35

Fiche 3 Réaliser une dilution, 37

Fiche 4 Étalonner une solution — Les étalons de référence, 41

Fiche 5 Suivre un titrage par détection visuelle, 45

Fiche 6 Suivre un titrage par pH-métrie, 49

Fiche 7 Suivre un titrage par conductimétrie, 55

Fiche 8 Suivre un titrage par potentiométrie, 61

Fiche 9 Identifier et exploiter un dosage indirect, un dosage en retour, 65

Fiche 10 Exploiter un dosage par gamme d'étalonnage, 69

Fiche 11 Exploiter un dosage par la méthode des ajouts dosés, 73

Fiche 12 Réaliser un montage à reflux , 77

Fiche 13 Utiliser un Dean-Stark, 81

Fiche 14 Réaliser une extraction liquide-liquide, 85

Fiche 15 Laver une phase organique, 89

Fiche 16 Sécher une phase organique, 91

Fiche 17 Utiliser un évaporateur rotatif, 93

Fiche 18 Réaliser une distillation fractionnée, 97

Fiche 19 Réaliser une filtration sous vide, 101

Fiche 20 Purifier une espèce solide : recristalliser, 105

Fiche 21 Réaliser une chromatographie sur couche mince (CCM), 109

Fiche 22 Mesurer un indice de réfraction, 113

Fiche 23 Utiliser un banc Kofler, 117

Fiche 24 Réaliser une chromatographie (CPG, HPLC), 121

Fiche 25 Exploiter un chromatogramme, 125

Fiche 26 Réaliser un spectre infrarouge (IR), 127

Fiche 27 Calculer un rendement, 131

Fiche 28 Élaborer un protocole en analyse, 133

Fiche 29 Élaborer un protocole en synthèse, 137

Partie 3. Travaux pratiques guidés 141

TP 1 Étalonnage d'une solution d'hydroxyde de sodium, 146

TP 2 Titrage pH-métrique et conductimétrique d'un produit ménager détartrant (Harpic®), 152

TP 3 Titrage potentiométrique de l'oxone, 159

TP 4 Titrage indirect du paracétamol contenu dans un comprimé de Doliprane®, 166

TP 5 Titrage en retour de l'aluminium d'un papier aluminium ménager, 173

TP 6 Dosage du diiode dans la Bétadine®, 181

TP 7 Dosage de la vanilline dans un sachet de sucre vanillé -
Méthode des ajouts dosés, 188

TP 8 Synthèse de l'arôme de fraise, 198

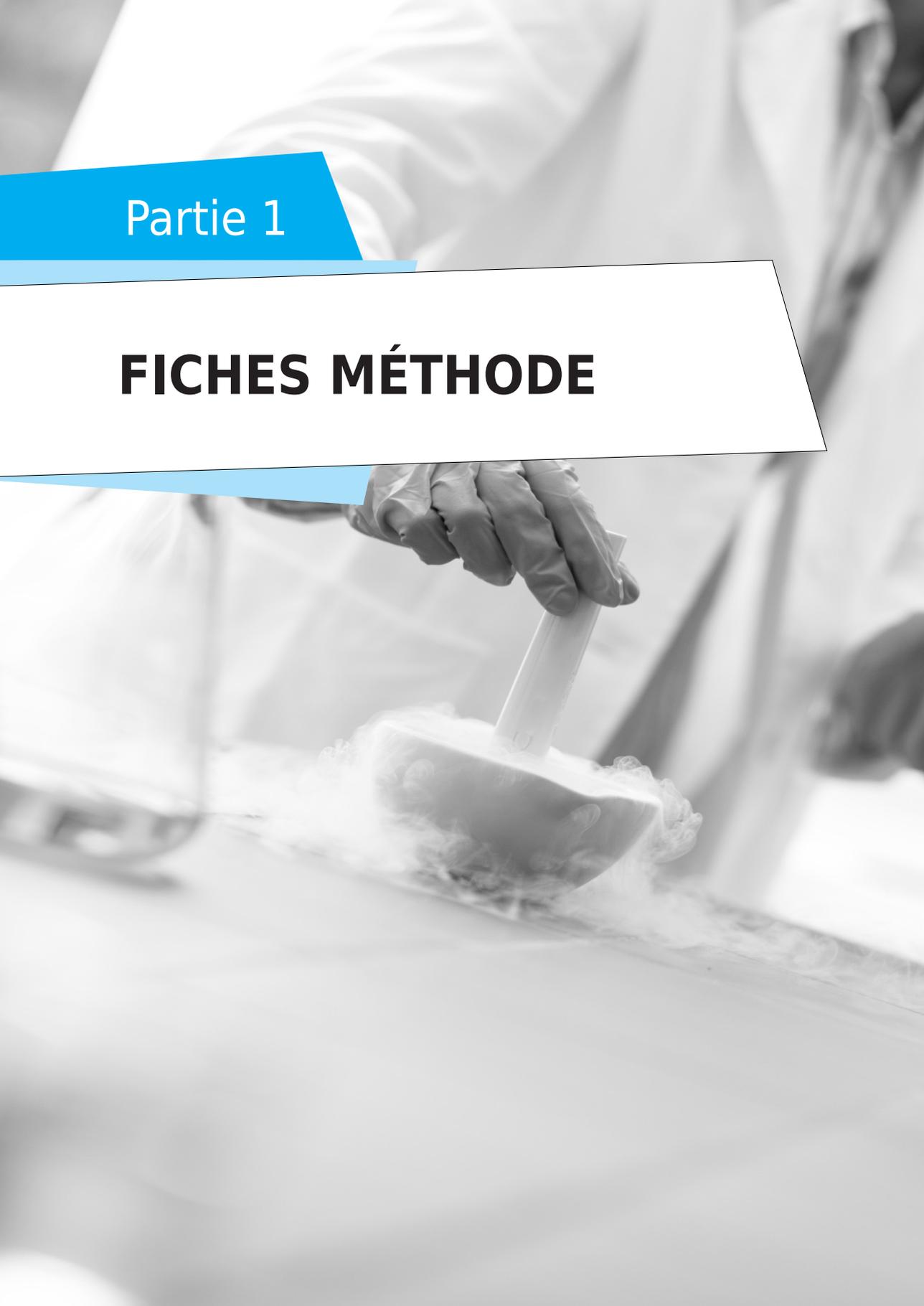
TP 9 Synthèse de l'acide cinnamique, 205

TP 10 Synthèse
sans solvant - Synthèse d'une chalcone, 211

TP 11 Dosage du paracétamol contenu dans un comprimé de
Doliprane® par HPLC, 219

Partie 1

FICHES MÉTHODE

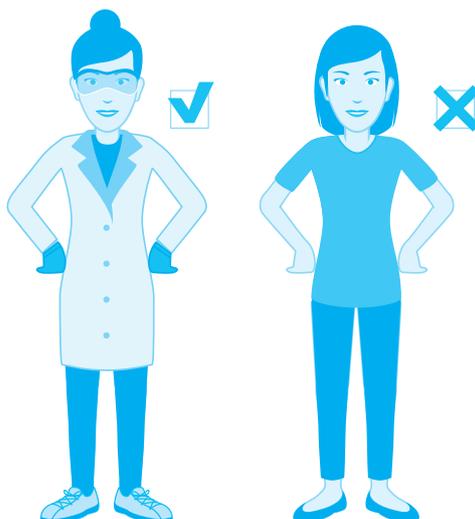


La sécurité au laboratoire

Avant de décrire les techniques utiles au chimiste, il convient de parler de la sécurité dans un laboratoire. En effet, une personne évoluant dans un laboratoire doit avoir en tête quelques règles importantes pour sa sécurité mais aussi celle des autres : c'est pourquoi, quelque soit le concours ou examen, un comportement responsable et sûr sera le seul critère sur lequel les évaluateurs seront intransigeants. En effet, ceux-ci préféreront une manipulation non terminée mais sûre plutôt qu'une manipulation effectuée à la va-vite réalisée au mépris des règles de sécurité.

Se comporter de façon sûre dans un laboratoire

Les dangers inhérents à la manipulation dans un laboratoire sont la présence de produits chimiques et de la verrerie : il faut donc éviter toute ingestion, exposition cutanée et oculaire. Pour cela, il est demandé bien évidemment de ne pas manger, de ne pas boire dans un laboratoire mais aussi d'adopter un comportement calme (on ne court pas dans un laboratoire même s'il reste peu de temps pour finir sa manipulation!).



Pour vous protéger, il vous sera demandé de porter des **équipements individuels de protection (EPI)** à savoir blouse, lunettes et gants.

- La **blouse** doit être en coton, fermée : afin de minimiser les risques d'exposition, **les cheveux doivent être attachés, un pantalon et des chaussures fermées** sont également requis.



- Les **lunettes** sont obligatoires : les lentilles sont à proscrire car en cas de projection dans l'œil, elles seront délicates à enlever. Porteurs de lunettes ou non, ce sont les « masques » qui sont conseillés pour permettre une protection maximale.



- Les **gants** doivent être utilisés à bon escient : ni trop, ni trop peu. Ils doivent être utilisés lors de la manipulation des produits chimiques mais doivent être enlevés tout de suite après. En effet, garder ses gants ensuite pour écrire, taper sur sa calculatrice ou se gratter le visage (!) se révélera contre-productif voire dangereux.

La nature des gants dépend du type de produit chimique utilisé (voir Tableau ci-dessous). Toutefois, peu de laboratoires disposent de toutes les catégories de gants. Il faudra donc garder à l'esprit qu'il vaut mieux se protéger un peu que pas du tout et que l'essentiel réside dans une manipulation précautionneuse qui évite le contact avec les produits utilisés.

Famille de produits chimiques	Latex	Nitrile	Néoprène	PVA	Butyle	Fluorés
Acides carboxyliques			X		X	X
Aldéhydes					X	X
Alcools primaires		X			X	X
Cétones					X	
Hydrocarbures aliphatiques		X		X		X
Hydrocarbures aromatiques				X		X
Dérivés chlorés				X		X
Solutions aqueuses	X	X	X		X	X

*Tableau indicatif des résistances chimiques
(d'après « des gants contre les risques chimiques », INRS)*

La manipulation des produits chimiques

Pour définir le degré de précaution à prendre pour manipuler les substances, il faut consulter les **fiches de données de sécurité** (FDS) des substances concernées. Celles-ci sont accessibles sur le site de l'INRS (Institut national de recherches et de sécurité) ou sur les sites commerciaux. Comme il n'est pas toujours possible de lire en détail les FDS, une signalétique rapide à déchiffrer a été mise en place.

En première approche : les pictogrammes

Apposés sur les étiquettes, les pictogrammes permettent de visualiser rapidement le danger associé à l'utilisation d'une substance.

Symbole SGH (« système général harmonisé » de classification et d'étiquetage des produits chimiques)	Signification	Exemples et précautions d'utilisation
 SGH 01	Explosif (peut, par réaction chimique, former des gaz à une vitesse et à une pression telle qu'il en résulte des dégâts dans la zone environnante)	<i>Trinitrotoluène</i> Ces composés sont peu manipulés en TP du fait de leur dangerosité. Il faudra se référer à la FDS pour vérifier les incompatibilités.
 SGH 02	Inflammable (capable de subir une réaction exothermique avec l'air)	<i>Cyclohexane, éther diéthylique</i> Il faudra manipuler ces composés à l'abri d'une source d'étincelles.
 SGH 03	Comburant (peut provoquer ou favoriser la combustion d'autres matières)	<i>Permanganate de potassium</i> Ces composés doivent être manipulés à l'abri d'une source ignifuge en particulier si des composés inflammables sont présents.
 SGH 04	Gaz sous pression	
 SGH 05	Corrosif pour les métaux ou les tissus cutanés (peut détruire les métaux ou les tissus cutanés)	<i>Hydroxyde de sodium solide</i> Ces composés devront être manipulés avec des gants (et bien évidemment une blouse fermée et les cheveux attachés).

 SGH 06	<p align="center">Toxicité aiguë (provoque des effets néfastes après administration dans un intervalle de temps de 24 h)</p>	<p align="center"><i>o-phenantroline, Méthanol</i> Il faut lire la FDS pour identifier le type et le niveau de toxicité. Des gants, une hotte voire même un masque seront nécessaires pour l'utilisation de ce type de composé.</p>
 SGH 07	<p align="center">Nocif (sensibilisation cutanée, irritation oculaire, toxicité spécifique)</p>	<p align="center"><i>Éthanol, Benzaldéhyde, Acétate d'éthyle</i> De la même façon que pour les composés toxiques, il faut regarder la FDS pour identifier le danger. Les précautions de base (gants, hotte) doivent être prises.</p>
 SGH 08	<p align="center">CMR (cancérogène, mutagène, reprotoxique ou toxicité spécifique) (peut provoquer le cancer et/ou la mutation génétique et/ou induire une stérilité et/ou provoquer des malformations fœtales)</p>	<p align="center"><i>Anhydride phtalique, dichlorométhane, Acide benzoïque</i> Les précautions à prendre sont identiques à celles pour la manipulation des produits toxiques.</p>
 SGH 09	<p align="center">Danger pour le milieu aquatique</p>	<p align="center"><i>Nitrate d'argent solide, Cyclohexane</i> Ces composés devront être récupérés dans des bidons spécifiques (voir Section « Après la manipulation »).</p>

Pour aller plus loin : les phrases H et P et les catégories

Les pictogrammes ne donnent qu'une indication des dangers encourus. Pour mieux accorder la manipulation et la protection utilisée aux risques associés à l'utilisation des substances, il faut regarder les phrases H et P (la liste est présentée à la fin de cette partie) ou les catégories associées aux dangers.

Les phrases H

Ce sont les phrases de danger (« hazards », en anglais). Elles sont reconnaissables par leur code à 3 chiffres H xxx

Code	Classification des dangers
H2xx	Danger physique (inflammation, explosion)
H3xx	Danger pour la santé (toxicité, corrosion, caractère CMR)
H4xx	Danger pour l'environnement

D'autre part, le dernier chiffre renseigne sur le niveau de danger : plus le chiffre est petit, plus le danger est important.

Exemple

H300 : mortel en cas d'ingestion

H301 : toxique en cas d'ingestion

H302 : nocif en cas d'ingestion

C'est le cas, par exemple, de certains oxydes métalliques, le trioxyde d'arsenic (H300), le trioxyde de chrome (H301) et le trioxyde de tungstène (H302).



À retenir. Les produits cancérigènes, mutagènes et reprotoxiques

Les substances induisant des anomalies génétiques sont les H34x, les produits cancérogènes sont les H35x et les produits reprotoxiques sont les H36x. Les derniers chiffres indiquent le degré de probabilité du risque encouru lors de l'utilisation de ces produits.

Exemple

H350 : peut provoquer le cancer

H351 : susceptible de provoquer le cancer.

Au Benzène est associée la phrase H350 et au naphthalène, la phrase H351.

Les phrases P

Les phrases P sont les conseils de prudence associés à l'utilisation de la substance. Elles sont en relation directe avec les phrases H.

Exemple

L'éthanol est un liquide inflammable, ce qui est indiqué par la phrase de danger H225 (« Liquide et vapeurs très inflammables »). Un des conseils de prudence associé est alors le conseil P210 : « Tenir à l'écart de la chaleur, des surfaces chaudes, des étincelles, des flammes nues et de toute autre source d'inflammation. Ne pas fumer ».

Les catégories

Comme il n'est pas forcément facile de prendre le temps de lire toutes les phrases H et P pour chacun des produits utilisés, la lecture des catégories est un bon intermédiaire entre les pictogrammes et le détail des phrases H et P.

La catégorie (directement liée aux phrases H) indique le niveau de danger encouru : le risque décroît avec le chiffre qui peut varier de 1 à 4.

Exemple L'anhydride phtalique

Dans la FDS de l'anhydride phtalique, on peut lire :

 Acute Tox : 4;
 Skin Irr : 2;
 Eye Dam : 1;
 Resp sens : 1;
 Skin sens : 1

Ce qui signifie que l'anhydride phtalique présente une toxicité aigüe relativement faible (catégorie 4) mais sera potentiellement irritant pour la peau (Skin Irritation : catégorie 2) mais surtout allergisant (sensibilisation respiratoire et cutanée de catégorie 1 autrement dit très importante) et provoquant des lésions oculaires en cas de projection dans les yeux (Eye damage : 1).

Une lettre peut être associée à ce chiffre. Les cancérigènes « cat 1A » sont des espèces avérées (données épidémiologiques), les « cat 1B » sont ceux dont le potentiel cancérigène est supposé (tests sur animaux).

Exemple

Le benzène et l'hexachlorobenzène sont deux espèces chimiques qui peuvent provoquer le cancer (H350), mais le benzène est avéré cancérigène (« cat 1A »), alors que l'hexachlorobenzène est fortement suspecté de l'être (« cat 1B »).



À retenir. Les produits inflammables

La catégorie d'un produit inflammable dépend de sa température d'ébullition et surtout de son **point éclair** (température à partir de laquelle les vapeurs émises par le produit peuvent s'enflammer spontanément en présence d'air et d'une source d'ignition à pression ambiante). Si celui-ci est inférieur à 23 °C (température ambiante), le produit sera de catégorie 1 ou 2 c'est-à-dire extrêmement ou très inflammable.

Exemple Comparaison de quelques liquides inflammables

	Diéthyléther	Éthanol	Acide acétique glacial
Catégorie	1	2	3
Point éclair	- 40 °C	14 °C	39 à 43 °C

En conclusion : « Tout est poison, rien n'est poison, c'est la dose qui fait le poison » Paracelse

Il est important de garder en tête que les dangers encourus dépendent de la nature de l'espèce chimique considérée mais aussi de sa concentration lors de l'utilisation d'une solution diluée.

Exemple

L'étiquetage de flacons d'acide éthanóique varie en fonction de sa concentration.

Étiquetage			
Solution d'acide éthanóique de concentration supérieure à 90 % soit 16 mol.L ⁻¹	Solution d'acide éthanóique de concentration comprise entre 25 et 90 % soit entre 4,3 et 16 mol.L ⁻¹	Solution d'acide éthanóique de concentration comprise entre 10 et 25 % soit entre 1,7 et 4,3 mol.L ⁻¹	Solution d'acide éthanóique de concentration inférieure à 10 % soit 1,7 mol.L ⁻¹
			Pas de pictogramme

La sécurité en travaux pratiques de chimie, Edith Antonot

L'acide éthanóique pur (acide acétique glacial) ou concentré à plus de 16 mol.L⁻¹, est un liquide inflammable (catégorie 3) et corrosif pour la peau (catégorie 1A). Pour des concentrations comprises entre 4,3 et 16 mol.L⁻¹, la solution est corrosive pour la peau (catégorie 1B). Pour des concentrations comprises entre 1,7 et 4,3 mol.L⁻¹, la solution n'est plus qu'irritante pour la peau (catégorie 2). Enfin, pour des concentrations inférieures à 1,7 mol.L⁻¹, la solution ne présente plus de dangers pour la peau.

La manipulation d'une solution d'acide éthanóique à une concentration inférieure à 1,7 mol.L⁻¹ ne requiert donc pas le port de gants.

Après la manipulation

À la fin de la manipulation, il faudra penser à ranger la pailleasse. Cela passe par deux temps importants : le traitement des déchets et le nettoyage de la verrerie.

Le rejet des produits chimiques

Les produits chimiques dangereux pour le milieu aquatique, corrosifs, toxiques ou tout simplement dangereux ne peuvent pas être rejetés à l'évier. Il existe des bidons spécifiques en fonction de la nature des solutions à retraiter :

Métaux lourds	Solvants organiques non halogénés	Solvants organiques halogénés	Bases fortes	Acides forts
---------------	-----------------------------------	-------------------------------	--------------	--------------

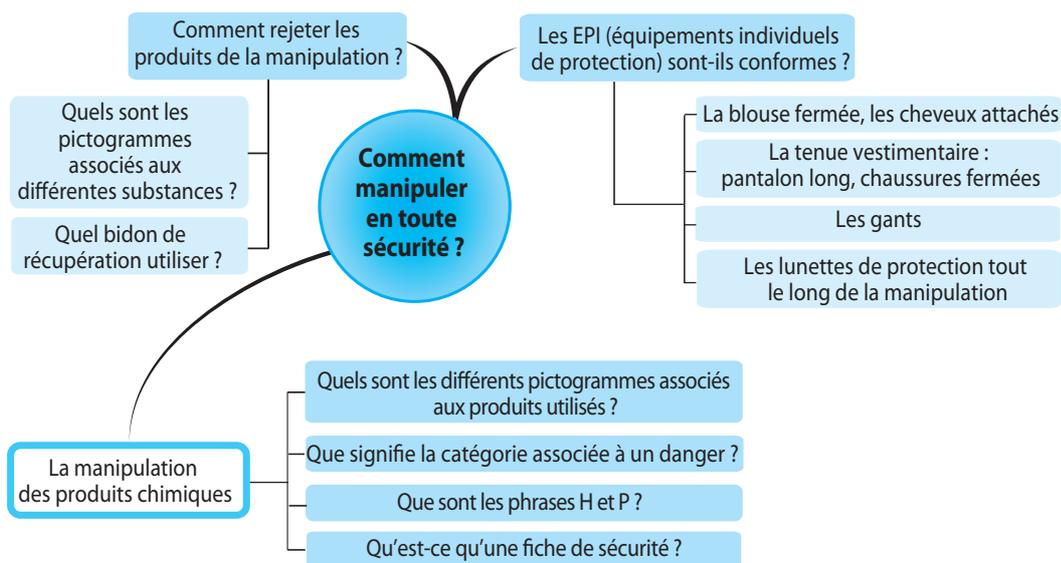
Le nettoyage

Le nettoyage de la verrerie et de la paillasse sera la dernière étape de la manipulation mais ne doit pas être négligée. En effet, la verrerie sera ensuite manipulée par d'autres personnes et leur sécurité ne doit pas être mise en danger.

Toute la verrerie contenant des solutions aqueuses doit être soigneusement rincée à l'eau du robinet et la verrerie ayant contenu des solvants doit être rincée à l'acétone puis à l'eau.

On dit souvent qu'il faut rincer une verrerie sept fois avant qu'elle soit propre!

Les questions à se poser



Phrases H (d'après reachcompliance.ch)

Codes	Mentions de danger
H200	Explosif instable.
H201	Explosif; danger d'explosion en masse
H202	Explosif; danger sérieux de projection
H203	Explosif; danger d'incendie; d'effet de souffle ou de projection.
H204	Danger d'incendie ou de projection.
H205	Danger d'explosion en masse en cas d'incendie.
H220	Gaz extrêmement inflammable.
H221	Gaz inflammable.
H222	Aérosol extrêmement inflammable.
H223	Aérosol inflammable.
H224	Liquide et vapeurs extrêmement inflammables.
H225	Liquide et vapeurs très inflammables.
H226	Liquide et vapeurs inflammables.
H228	Matière solide inflammable.
H229	Récipient sous pression : peut éclater sous l'effet de la chaleur.
H230	Peut exploser même an l'absence d'air.
H231	Peut exploser même an l'absence d'air à une pression et/ou température élevée(s).
H240	Peut exploser sous l'effet de la chaleur.
H241	Peut s'enflammer ou exploser sous l'effet de la chaleur.
H242	Peut s'enflammer sous l'effet de la chaleur.
H250	S'enflamme spontanément au contact de l'air.
H251	Matière auto-échauffante; peut s'enflammer.
H252	Matière auto-échauffante en grandes quantités; peut s'enflammer.
H260	Dégage au contact de l'eau des gaz inflammables qui peuvent s'enflammer spontanément.
H261	Dégage au contact de l'eau des gaz inflammables.
H270	Peut provoquer ou aggraver un incendie; comburant.
H271	Peut provoquer un incendie ou une explosion; comburant puissant.
H272	Peut aggraver un incendie; comburant.
H280	Contient un gaz sous pression; peut exploser sous l'effet de la chaleur.
H281	Contient un gaz réfrigéré; peut causer des brûlures ou blessures cryogéniques.
H290	Peut être corrosif pour les métaux.
H300	Mortel en cas d'ingestion.
H301	Toxique en cas d'ingestion.
H302	Nocif en cas d'ingestion.
H304	Peut être mortel en cas d'ingestion et de pénétration dans les voies respiratoires.
H310	Mortel par contact cutané.
H311	Toxique par contact cutané.
H312	Nocif par contact cutané.
H314	Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves.
H315	Provoque une irritation cutanée.
H317	Peut provoquer une allergie cutanée.

H318	Provoque des lésions oculaires graves.
H319	Provoque une sévère irritation des yeux.
H330	Mortel par inhalation.
H331	Toxique par inhalation.
H332	Nocif par inhalation.
H334	Peut provoquer des symptômes allergiques ou d'asthme ou des difficultés respiratoires par inhalation.
H335	Peut irriter les voies respiratoires.
H336	Peut provoquer somnolence ou vertiges.
H340	Peut induire des anomalies génétiques <i><indiquer la voie d'exposition s'il est formellement prouvé qu'aucune autre voie d'exposition ne conduit au même danger></i> .
H341	Susceptible d'induire des anomalies génétiques <i><indiquer la voie d'exposition s'il est formellement prouvé qu'aucune autre voie d'exposition ne conduit au même danger></i> .
H350	Peut provoquer le cancer <i><indiquer la voie d'exposition s'il est formellement prouvé qu'aucune autre voie d'exposition ne conduit au même danger></i> .
H351	Susceptible de provoquer le cancer <i><indiquer la voie d'exposition s'il est formellement prouvé qu'aucune autre voie d'exposition ne conduit au même danger></i> .
H360	Peut nuire à la fertilité ou au fœtus <i><indiquer l'effet s'il est connu></i> <i><indiquer la voie d'exposition s'il est formellement prouvé qu'aucune autre voie d'exposition ne conduit au même danger></i> .
H361	Susceptible de nuire à la fertilité ou au fœtus <i><indiquer l'effet s'il est connu></i> <i><indiquer la voie d'exposition s'il est formellement prouvé qu'aucune autre voie d'exposition ne conduit au même danger></i> .
H362	Peut être nocif pour les bébés nourris au lait maternel.
H370	Risque avéré d'effets graves pour les organes <i><ou indiquer tous les organes affectés, s'ils sont connus></i> <i><indiquer la voie d'exposition s'il est formellement prouvé qu'aucune autre voie d'exposition ne conduit au même danger></i> .
H371	Risque présumé d'effets graves pour les organes <i><ou indiquer tous les organes affectés, s'ils sont connus></i> <i><indiquer la voie d'exposition s'il est formellement prouvé qu'aucune autre voie d'exposition ne conduit au même danger></i> .
H372	Risque avéré d'effets graves pour les organes <i><indiquer tous les organes affectés, s'ils sont connus></i> à la suite d'expositions répétées ou d'une exposition prolongée <i><indiquer la voie d'exposition s'il est formellement prouvé qu'aucune autre voie d'exposition ne conduit au même danger></i> .
H373	Risque présumé d'effets graves pour les organes <i><indiquer tous les organes affectés, s'ils sont connus></i> à la suite d'expositions répétées ou d'une exposition prolongée <i><indiquer la voie d'exposition s'il est formellement prouvé qu'aucune autre voie d'exposition ne conduit au même danger></i> .
H300 + H310	Mortel par ingestion ou par contact cutané.
H300 + H330	Mortel par ingestion ou par inhalation.
H310 + H330	Mortel par contact cutané ou par inhalation.

H300 + H310 + H330	Mortel par ingestion, par contact cutané ou par inhalation.
H301 + H311	Toxique par ingestion ou par contact cutané.
H301 + H331	Toxique par ingestion ou par inhalation.
H311 + H331	Toxique par contact cutané ou par inhalation.
H301 + H311 + H331	Toxique par ingestion, par contact cutané ou par inhalation.
H302 + H312	Nocif en cas d'ingestion ou de contact cutané.
H302 + H332	Nocif en cas d'ingestion ou d'inhalation.
H312 + H332	Nocif en cas de contact cutané ou d'inhalation.
H302 + H312+ H332	Nocif en cas d'ingestion, de contact cutané ou d'inhalation.
H400	Très toxique pour les organismes aquatiques.
H410	Très toxique pour les organismes aquatiques, entraîne des effets néfastes à long terme.
H411	Toxique pour les organismes aquatiques, entraîne des effets néfastes à long terme.
H412	Nocif pour les organismes aquatiques, entraîne des effets néfastes à long terme.
H413	Peut être nocif à long terme pour les organismes aquatiques.
H420	Nuit à la santé publique et à l'environnement en détruisant l'ozone dans la haute atmosphère.
EUH001	Explosif à l'état sec.
EUH014	Réagit violemment au contact de l'eau.
EUH018	Lors de l'utilisation, formation possible de mélange vapeur-air inflammable/explosif.
EUH019	Peut former des peroxydes explosifs.
EUH029	Au contact de l'eau, dégage des gaz toxiques.
EUH031	Au contact d'un acide, dégage un gaz toxique.
EUH032	Au contact d'un acide, dégage un gaz très toxique.
EUH044	Risque d'explosion si chauffé en ambiance confinée.
EUH066	L'exposition répétée peut provoquer dessèchement ou gerçures de la peau.
EUH070	Toxique par contact oculaire.
EUH071	Corrosif pour les voies respiratoires.
EUH201 EUH201A	Contient du plomb. Ne pas utiliser sur les objets susceptibles d'être mâchés ou sucés par des enfants. Attention! Contient du plomb.
EUH202	Cyanoacrylate. Danger. Colle à la peau et aux yeux en quelques secondes. À conserver hors de portée des enfants.
EUH203	Contient du chrome (VI). Peut produire une réaction allergique.
EUH204	Contient des isocyanates. Peut produire une réaction allergique.
EUH205	Contient des composés époxydiques. Peut produire une réaction allergique.
EUH206	Attention! Ne pas utiliser en combinaison avec d'autres produits. Peut libérer des gaz dangereux (chlore).
EUH207	Attention! Contient du cadmium. Des fumées dangereuses se développent pendant l'utilisation. Voir les informations fournies par le fabricant. Respectez les consignes de sécurité.

EUH208	Contient du (de la) (nom de la substance sensibilisante). Peut déclencher une réaction allergique.
EUH209	Peut devenir facilement inflammable en cours d'utilisation.
EUH209A	Peut devenir inflammable en cours d'utilisation.
EUH210	Fiche de données de sécurité disponible sur demande.
EUH401	Respectez les instructions d'utilisation pour éviter les risques pour la santé humaine et l'environnement.

À considérer aux codes suivants :

F/D majuscule = peut

f/d minuscule = susceptible de

Codes	Mentions de danger
H350i	Peut provoquer le cancer par inhalation.
H360F	Peut nuire à la fertilité.
H360D	Peut nuire au fœtus.
H361f	Susceptible de nuire à la fertilité.
H361d	Susceptible de nuire au fœtus.
H360FD	Peut nuire à la fertilité. Peut nuire au fœtus.
H361fd	Susceptible de nuire à la fertilité. Susceptible de nuire au fœtus.
H360Fd	Peut nuire à la fertilité. Susceptible de nuire au fœtus.
H360Df	Peut nuire au fœtus. Susceptible de nuire à la fertilité.

La verrerie disponible au laboratoire

Afin d'optimiser la manipulation c'est-à-dire réaliser des expériences précises mais efficaces, différentes pièces de verrerie sont à la disposition du chimiste. Il est important de connaître les noms associés et il n'est pas rare que les examinateurs demandent une description de la verrerie disponible sur la paillasse pour s'assurer que les pièces de verrerie seront nommées à bon escient.

Choix et utilisation de la verrerie

La verrerie doit être utilisée en fonction du degré de précision souhaité pour la manipulation. Dans le cas d'un prélèvement, plusieurs possibilités : bécher, éprouvette, burette, pipette.

Différents types de verrerie sont cités ci-après. Pour un réactif dont la quantité de matière ne doit pas être connue précisément (réactif en excès non dosé par la suite par exemple), il ne sera pas nécessaire d'utiliser une verrerie précise : l'éprouvette suffira. Dans tous les cas, il faut faire attention à la propreté de la verrerie et au rinçage à la solution.

Attention ! Dans quel cas rincer à la solution ?

La verrerie de prélèvement (c'est-à-dire celle où l'on doit être sûr des espèces présentes) doit être rincée à la solution : par exemple, les béchers de prélèvement, les pipettes, les burettes, les éprouvettes.

La verrerie qui doit contenir une quantité de matière précise (c'est-à-dire celle qui servira à un dosage) ne doit surtout pas être rincée à la solution mais à l'eau distillée : les béchers de dosage ou les fioles en sont des exemples.

Pour terminer, la verrerie devra être nettoyée à l'eau (et au préalable à l'acétone dans le cas de la verrerie ayant servi à des composés organiques) : il faut être attentif à ne pas oublier cette étape pour veiller à la sécurité des personnes qui manipulent ensuite votre verrerie afin qu'elles ne soient pas en contact avec des produits dangereux pour la santé.

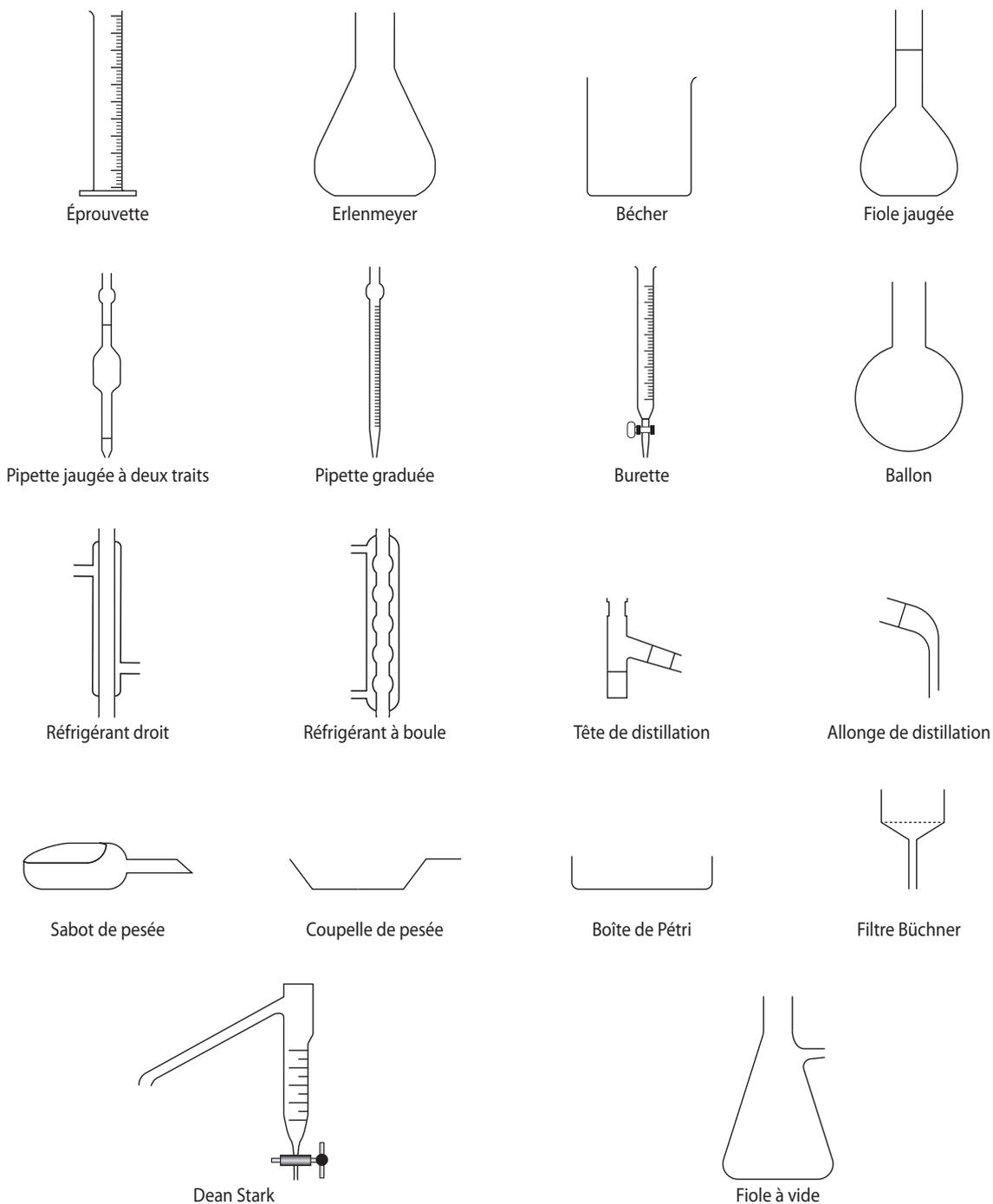


Figure B.1. Schéma représentatif des pièces de verrerie courantes.

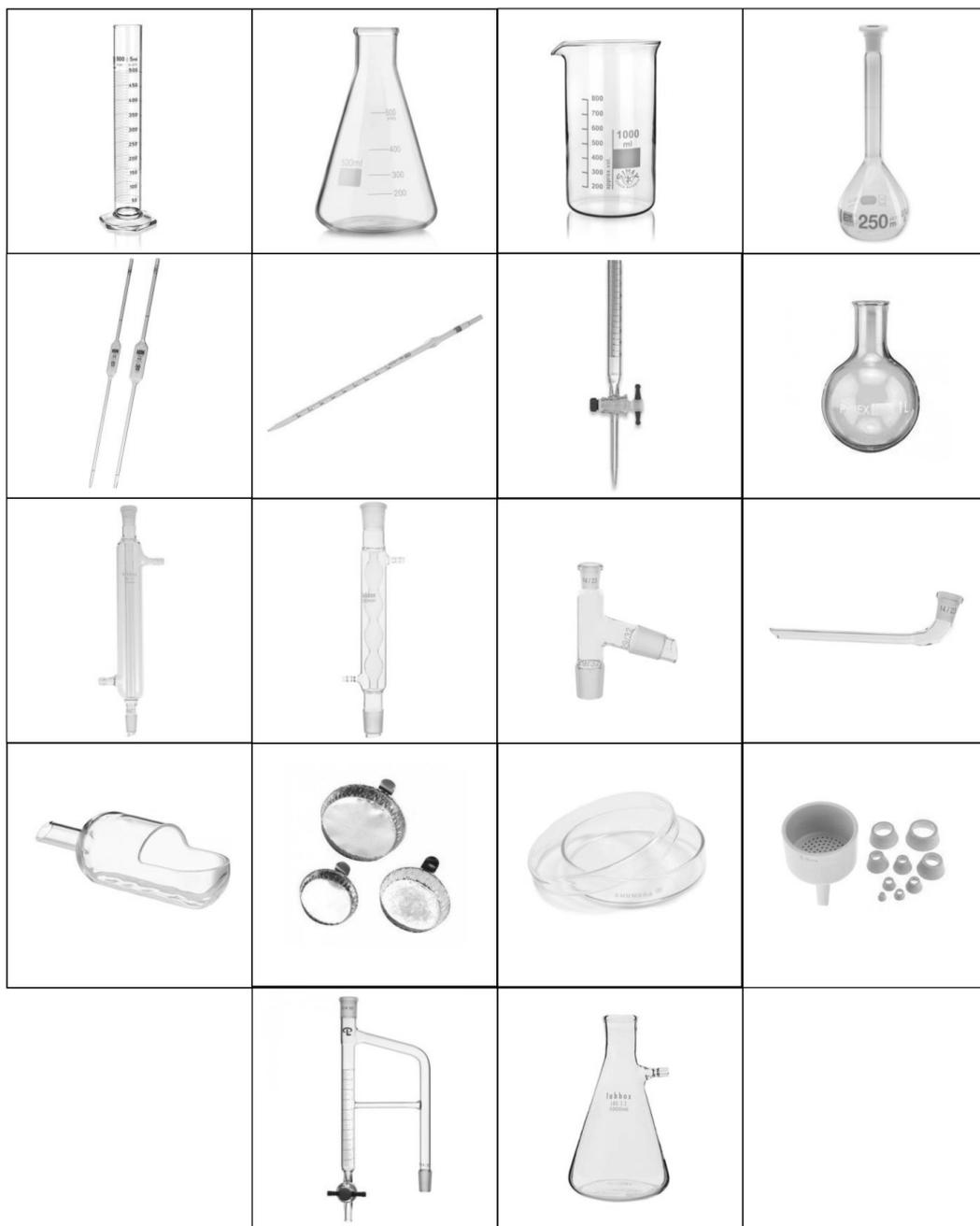


Figure B.2. Photographies de pièces de verrerie courantes.

Classification de la verrerie

Les pièces de verrerie jaugées ou graduées vont être caractérisées par :

- **In/Ex** : une pièce In signifie que la verrerie contient le volume défini, Ex qu'elle délivre ce volume.

verrerie In	verrerie Ex
fiolle, éprouvette	pipette (jaugée ou graduée), burette

- **la classe** : la verrerie de classe A est plus précise qu'une verrerie de classe B. La lettre S signifie que la vitesse d'écoulement est plus rapide.

Capacité nominale	Subdivision	Erreur maximale tolérée	
		Classes A et AS	Classe B
ml	ml	ml	ml
1	0,01	±0,006	±0,01
2	0,01	±0,01	±0,02
5	0,01	±0,01	±0,02
5	0,02	±0,01	±0,02
10	0,02	±0,02	±0,05
10	0,05	±0,03	±0,05
25	0,05	±0,03	±0,05
25	0,10	±0,05	±0,10
50	0,10	±0,05	±0,10
100	0,20	±0,10	±0,20

Extrait de la norme ISO 385 :2005 « verrerie de laboratoire burettes »



À retenir. Étiquetage de la verrerie

L'étiquetage de la verrerie doit se comprendre ainsi :



Figure B.3. Haut d'une burette graduée.

- **25** : volume en mL délivré par la burette (au maximum).
- **0,1** : résolution (plus petite différence de volume détectable).
- **AS** : classe de la verrerie. AS signifie qu'il y a un temps d'attente à respecter (30 s). Cette classe est la plus précise.
- **Ex + 30 s** : délivre (Ex) le volume indiqué en 30 s (c'est-à-dire qu'il faut attendre 30 s pour être sûr que le volume délivré soit juste ! Ceci prend en compte le fait que du liquide mouille les parois et que le phénomène de descente n'est pas instantané).
- **20 °C** : température à laquelle la verrerie délivre ou contient le volume d'eau défini

Rédiger un compte-rendu de TP

Le compte-rendu d'une séance de travaux pratiques est, la plupart du temps, évalué ce qui nécessite de suivre une trame cohérente afin de satisfaire au mieux l'examineur. De plus, il est important de pouvoir laisser une trace écrite de la manipulation effectuée dans le but de la poursuivre ultérieurement ou bien pour permettre à une tierce personne de recommencer l'expérience dans les mêmes conditions. En ce sens, le cahier de laboratoire est un outil indispensable qui doit rendre compte le plus fidèlement possible de la manipulation effectuée. Nous allons donc détailler la méthode de rédaction à employer pour rédiger un compte-rendu de TP puis nous présenterons le cahier de laboratoire en donnant des conseils pour le rendre le plus exploitable possible.

La rédaction

La majeure partie des énoncés de travaux pratiques explicite très clairement l'objectif à réaliser au cours de la séance. Il convient donc de rédiger une introduction très succincte qui reprend cet objectif et d'en dégager une problématique.

Exemple

TP 1. Étalonnage d'une solution d'hydroxyde de sodium.

Une introduction possible pour la rédaction du compte-rendu correspondant pourrait être :

Afin de déterminer la valeur exacte de la concentration d'une solution d'hydroxyde de sodium il est nécessaire de préparer une solution à partir d'un étalon primaire par pesée précise. Pour cela, connaissant le caractère basique d'une solution d'hydroxyde de sodium, nous utiliserons comme étalon primaire une espèce aux propriétés acides : l'hydrogénophthalate de potassium.



Conseil méthodologique

Il est indispensable de rester concis lors de la rédaction d'un compte-rendu pour ne pas perdre de vue l'objectif principal mais il est très apprécié par les examinateurs de ne pas lire une suite de chiffres et de calculs sans aucun commentaire.

On retrouve la plupart du temps dans les énoncés des questions auxquelles il faut apporter une réponse claire.

Le **respect de la numérotation** dans la rédaction de la réponse à ces questions est primordial afin de ne pas irriter le correcteur et de pouvoir bénéficier du barème dans son intégralité.

Expression des résultats - notion d'incertitude

Tout résultat (dans le cadre de l'exploitation d'un dosage, par exemple) doit être mentionné avec le bon nombre de chiffres significatifs, une unité et éventuellement une plage d'incertitude comme dans l'exemple suivant :

$$C_{\text{hydroxyde de sodium}} = (0,00966 \pm 0,00076) \text{ mol.L}^{-1}$$

L'évaluation de l'incertitude nécessiterait un livre à part entière... On ne résumera donc ici que les points importants à retenir.

Tout d'abord, il peut vous être demandé de lister les sources d'incertitudes : dans le cas d'un dosage, par exemple, il faut donc lister les manipulations effectuées et les incertitudes qui en découlent. **Toutefois, il ne faut pas oublier l'incertitude principale qui résulte du manipulateur.**

Exemple

Dosage pH-métrique de la soude par pesées d'hydrogénophthalate de potassium

Les manipulations ont été les suivantes :

- *pesées de l'hydrogénophthalate de potassium,*
- *transvasement du solide dans le bécher,*
- *versement de la soude lors du dosage.*

Les incertitudes sont donc liées à l'utilisation de la balance, au transvasement non quantitatif, au volume délivré par la burette (lié notamment à une température différente de 20 °C) mais surtout à l'appréciation du volume équivalent à partir de l'exploitation graphique de la courbe!

Lorsque plusieurs incertitudes affectent le résultat, on peut définir une incertitude globale qui résulte de la composition des différentes incertitudes. Mais, là encore, sur une seule mesure (la durée d'un TP permet rarement plus), cette composition n'a que peu de sens puisque pour être totalement rigoureux, il faudrait répéter la mesure dans des conditions de répétabilité et de reproductibilité pour en dégager des écarts-types qui aient du sens. Pour conclure, seule la répétition de la manipulation (par des expérimentateurs aguerris!) permet de déterminer l'écart-type associé à un résultat car alors sont pris en compte l'ensemble des incertitudes de l'expérience (avec notamment les facteurs cinétiques, etc. de la réaction étudiée). Il est donc illusoire de le calculer en une séance de TP mais il sera bienvenu de réaliser une conclusion en apportant un regard critique sur les résultats obtenus si ceux-ci semblent surprenants ou non cohérents.

Les appels

Dans certains concours, l'énoncé est ponctué d'appels permettant de vérifier votre compréhension de la manipulation et/ou de vous laisser proposer un protocole.

Dans le cadre de l'explication de la manipulation, il faut être clair et succinct : rien ne sert de dérouler un discours théorique (connaissances qui auront déjà été évaluées à l'écrit), il faut expliquer simplement, réactions ou schéma à l'appui, les observations réalisées.

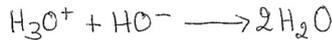
Dans le cas d'une proposition de protocole il faut, là aussi, s'aider de schémas et écrire un aide-mémoire le plus clair possible qui sera le support de la discussion avec l'examineur : il ne faudra pas oublier d'indiquer la réaction, la verrerie, les observations expérimentales attendues (comme l'allure d'une courbe, par exemple).

Exemple

« Proposer un protocole permettant le dosage d'une solution d'acide chlorhydrique (concentration de l'ordre de $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$) à l'aide de la soude préalablement étalonnée ($C = 0,1008 \text{ mol.L}^{-1}$) ».

Le support de la discussion peut être le suivant :

* équation de la réaction



* à l'équivalence

$$n_{\text{H}_3\text{O}^+} = n_{\text{HO}^-}$$

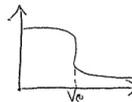
$$C_a V_e = C_{\text{OH}} V_{\text{OH}}$$

$$\text{Si } V_{\text{OH}} = 10 \text{ mL} \longrightarrow V_e \simeq 10 \text{ mL}$$

* Suivi de dosage pH-métrique (électrode de verre + ref.)

Allure de la courbe

$$\text{pH} = f(v) :$$



Le cahier de laboratoire

Présent dans certains concours, ce nouvel outil doit être le **reflet de l'expérience réalisée** par un opérateur. On le retrouve aussi bien dans le milieu industriel que celui de la recherche et il permet une **traçabilité** essentielle pour l'historique des différents essais.

On prendra soin d'y consigner **des remarques pertinentes**, des **modifications ou des ajustements** de protocole (un temps de réaction plus long que prévu par exemple ou

bien une température atteinte par le milieu réactionnel non mentionnée initialement), des **essais non fructueux** (par exemple lors d'une recherche de solvant pour une CCM). C'est également l'occasion de noter **l'ensemble des valeurs expérimentales** pas forcément demandées dans la feuille de résultats : la masse réellement introduite dans le milieu réactionnel qui sera nécessaire pour le calcul du rendement (10,1 g au lieu de 10,0 g par exemple) ou bien encore le volume de solvant utilisé lors d'une recristallisation. À l'inverse, il est inutile de recopier l'intégralité d'un mode opératoire ou bien de répondre aux questions de l'énoncé.

Sa tenue doit être soignée (ce n'est pas un brouillon) et permettre à une tierce personne de réaliser la même expérience dans des conditions identiques.

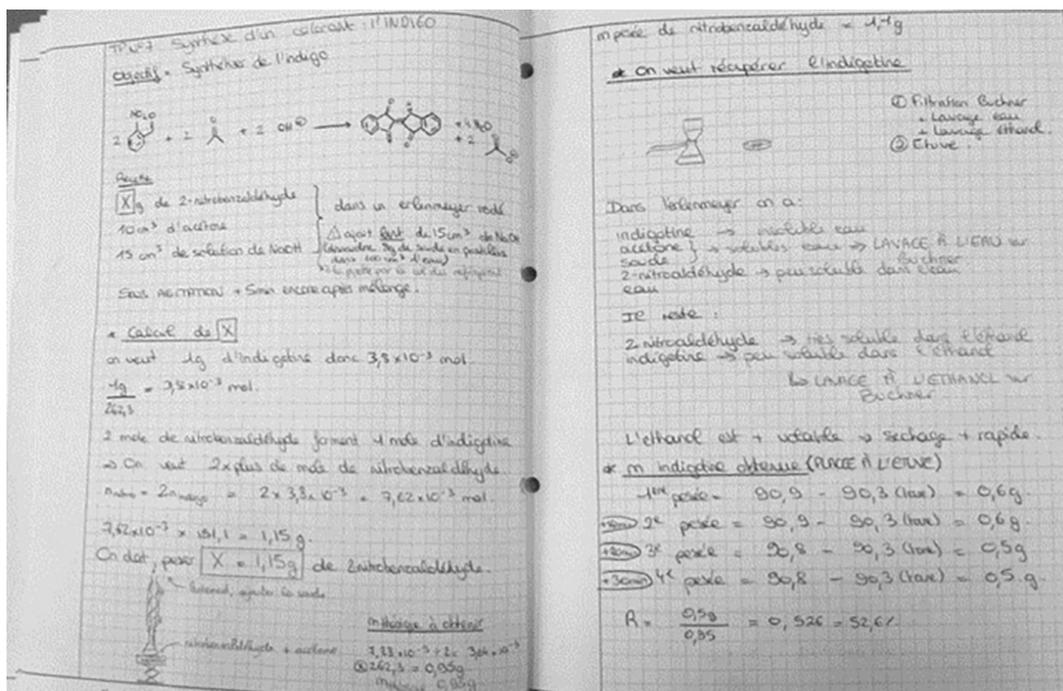


Figure C.1. Extrait d'un cahier de laboratoire.



Partie 2

FICHES TECHNIQUES ET DÉMARCHES EXPÉRIMENTALES

Fiche 1

Réaliser une pesée

À quoi ça sert ?

La pesée est **la manipulation-clé en chimie** car la grandeur mesurée, la masse, est proportionnelle à la quantité de matière. La pesée est donc le point de départ de toute manipulation, en synthèse organique comme en chimie analytique.



Retrouver la vidéo
de cette technique
ici :

[www.lienmini.fr/
TPCHIMexp-01](http://www.lienmini.fr/TPCHIMexp-01)



Correspondances avec les TP

- **TP 1.** Étalonnage d'une solution d'hydroxyde de sodium
- **TP 2.** Titrage pH-métrique et conductimétrique d'un produit ménager détartrant (Harpic®)
- **TP 3.** Titrage potentiométrique de l'oxone
- **TP 4.** Titrage indirect du paracétamol contenu dans un comprimé de Doliprane®
- **TP 5.** Titrage en retour de l'aluminium d'un papier aluminium ménager
- **TP 7.** Dosage de la vanilline dans un sachet de sucre vanillé – Méthode des ajouts dosés
- **TP 8.** Synthèse de l'arôme de fraise
- **TP 9.** Synthèse de l'acide cinnamique
- **TP 10.** Synthèse sans solvant – Synthèse d'une chalcone
- **TP 11.** Dosage du paracétamol contenu dans un comprimé de Doliprane® par HPLC

Présentation

La pesée peut se faire sur des balances de différentes précisions. Les balances les plus précises se reconnaissent par le cadre en verre les surplombant.

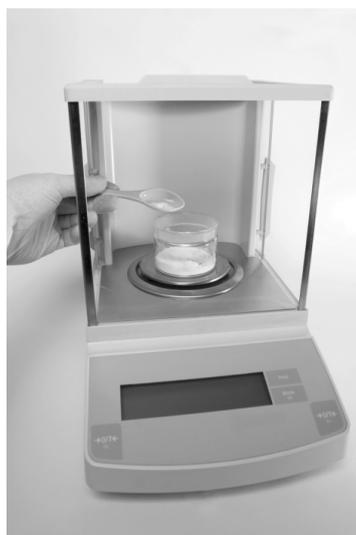


Figure 1.1. Deux modèles de balances, de précision différente.



À retenir.

La précision (ou résolution) ainsi que la masse minimale et maximale sont inscrites sur les balances. Il faudra donc adapter la balance utilisée à la précision souhaitée.

Mise en œuvre

Étape 1. S'assurer que la balance est à niveau à l'aide du niveau à bulle.



Figure 1.2. Deux exemples de niveau à bulle sur des balances de précision.

Étape 2. Nettoyer le plateau si besoin à l'aide d'un pinceau.

Étape 3. Fermer les portes (latérales et supérieure), **attendre la stabilisation de la valeur** et faire la tare.

Étape 4. Poser la coupelle sur le plateau, fermer les portes, attendre la stabilisation et faire la tare.

Étape 5. Peser la masse souhaitée.



Attention !

Lors de la réalisation d'une solution de concentration connue, on ne cherche pas forcément à atteindre la concentration car ceci relève de l'impossible. Par exemple, il sera très difficile de peser 250 mg précisément. Il faut juste peser une masse de l'ordre de 0,25 g et noter la valeur précise afin de réaliser les calculs!

Étape 6. Lorsque la masse souhaitée est atteinte, refermer les portes et lire la valeur après stabilisation.



Figure 1.3. Refermer les portes et lire la valeur.

Étape 7. Récupérer la coupelle, nettoyer la balance et remettre à zéro.

La collection incontournable pour réussir
et faire la différence en CPGE scientifiques

PRÉPAS
SCIENTIFIQUES

Fiches méthode et conseils

Pour acquérir les bons réflexes.

29 fiches techniques et expérimentales

Pour maîtriser l'intégralité des démarches et techniques du programme (suivre un titrage par pH-métrie, laver une phase organique, etc.) et tout savoir sur le matériel et les montages (utiliser un évaporateur rotatif, réaliser un montage à reflux, etc.).

11 sujets de TP guidés

Pour vous préparer efficacement à l'épreuve (titrage potentiométrique de l'oxone, synthèse de l'acide cinnamique, etc.), dans la perspective du concours. Les TP sont accompagnés de conseils pour lire et comprendre le sujet, organiser sa paillasse, réaliser les expériences et répondre aux questions du jury.

Tous les corrigés détaillés et commentés

Pour comprendre chaque étape des TP, acquérir les bons gestes et assurer le jour J.



20 vidéos pour suivre pas à pas toutes les techniques et démarches expérimentales du programme.

Erwan Beauvineau est professeur au lycée Pierre-Gilles-de-Gennes, ENCPB à Paris.

Jeanne-Laure Dormieux est professeure au lycée d'Arsonval à Saint-Maur-des-Fossés.

Christophe Honnorat est professeur au lycée d'Arsonval à Saint-Maur-des-Fossés.

Émilie Ramel est professeure au lycée Notre-Dame-Les-Oiseaux à Verneuil-sur-Seine.



ISBN : 978-2-311-40529-3



9 782311 405293

www.Vuibert.fr