

Collège de Saussure

**CHIMIE**

=====

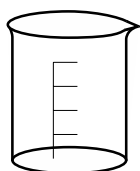
**RECUEIL DE PROTOCOLES DE  
LABORATOIRE**

**- 2<sup>ème</sup> année DF et OS -**

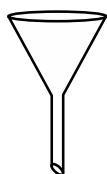
\*\*\*\*\*

Août 2014

## Matériel le plus courant utilisé au cours des laboratoires



Bécher



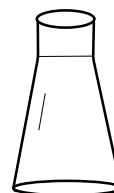
Entonnoir



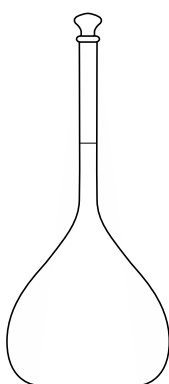
Burette



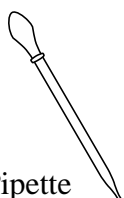
Pipette jaugée



Erlenmeyer



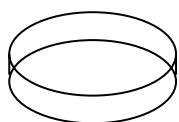
Ballon jaugé



Pipette Pasteur



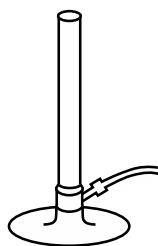
Cylindre gradué



Boîte de Petri



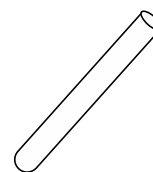
Capsule de porcelaine



Bec Bunsen



Verre de montre



Eprouvette

## QUELQUES RECOMMANDATIONS EN GUISE D'INTRODUCTION

Dans les laboratoires de chimie, les substances dangereuses et la grande variété des appareils utilisés peuvent être source d'accident.

Il est donc nécessaire que vous soyez bien informés des risques liés à l'utilisation des substances chimiques et des appareils ou verrerie que vous aurez à manipuler au cours de vos séances de laboratoire.

### Règles de base

L'accès au laboratoire n'est possible qu'en étant muni d'une **blouse**, et le port des **lunettes** est exigé !

**La sécurité est une exigence primordiale dans les laboratoires !!!**

Garder une place de travail **propre** est un bon début pour éviter tout accident futur !

### Produits dangereux et produits toxiques

La grande majorité des substances, même celles "naturelles", peuvent être dangereuses suivant l'usage que l'on en fait. Dans un laboratoire, les **risques** qu'une substance peut engendrer sont signalés sur l'emballage du produit par un pictogramme de risque.



On qualifie de **toxique**, toute substance qui, absorbée par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée, peut entraîner des affections graves, aiguës ou chroniques, voire même la mort. Une telle substance serait communément qualifiée de poison. Il faut donc éviter tout contact avec les substances comportant ce pictogramme. De telles substances sont impérativement à manipuler avec des gants, et sous une hotte ventilée.



Lorsque la gravité des risques est plus limitée, ou que les **doses** nécessaires pour atteindre une dangerosité grave sont élevées, une substance est qualifiée de nocive. Les produits **irritants** ne sont pas corrosifs, mais peuvent, par contact avec la peau ou les muqueuses, provoquer une réaction inflammatoire.



L'expression " produits **corrosifs** " s'applique à des substances qui possèdent le pouvoir d'endommager les tissus vivants (la peau, les yeux et les tissus des voies respiratoires) et d'attaquer d'autres matières comme les métaux et le bois. Certaines substances qui ne sont pas corrosives à l'état sec le deviennent au contact de l'eau ou de l'humidité de la peau ou des muqueuses.

C'est dans cette catégorie que l'on classe les **acides** et les **bases**.

Les autres dangers que peut présenter une substance suivant qu'elle est :



explosible (E)



inflammable (I)



ou comburante (O)

En présence de telles substances, toute flamme vive (bec bunsen par exemple) est à bannir.

Sur la plupart des flacons que vous utiliserez vous trouverez une étiquette où figure le pictogramme de danger accompagné notamment d'indications des risques et de conseil de prudence

Deux autres pictogrammes de danger peuvent être rencontrés :



Substances qualifiées de **CMR**, c'est-à-dire **C**ancérogène, **M**utagène ou toxique pour la **R**eproduction. Vous ne manipulerez pas de telles substances.



Dangereux pour l'environnement, et particulièrement pour le milieu aquatique.

Lors de l'achat d'un produit chimique, celui-ci est accompagné d'une **fiche de sécurité** (FDS). Vous aurez l'occasion au cours de l'année d'examiner le contenu d'une telle fiche.

## Précautions élémentaires

Lors de la manipulation de substances chimiques:

- refermer les flacons immédiatement après usage, et avec le bouchon d'origine.
- utiliser les hottes (ou "chapelles") pour manipuler les produits volatils.
- en cas de contact avec la peau, laver immédiatement la surface touchée.
- en cas de contact avec les yeux, rincer longuement sous un filet d'eau courante et **alerter immédiatement** le professeur.
- en cas d'autres problèmes, prévenez immédiatement le professeur.

## Verrerie

La verrerie utilisée en laboratoire est en général résistante aux chocs thermiques et très pratique lorsqu'il s'agit de faire la vaisselle!!!

Elle comporte néanmoins quelques inconvénients qu'il s'agit de ne pas minimiser, tels que la fragilité aux chocs et une faible résistance à la pression. Elle peut provoquer des blessures par coupure.

Suivre les consignes ci-dessous afin de prévenir tout incident:

- examiner la verrerie avant utilisation; mettre de côté toute pièce ébréchée ou fendue;
- chauffer les béchers, ballons, erlenmeyers sur bec Bunsen par l'intermédiaire d'un grillage qui répartit la chaleur;
- chauffer les tubes à essai sur bec Bunsen en les "promenant" sur la flamme afin d'éviter toute projection due à une surchauffe locale;
- si une pièce est bloquée (bouchon d'un flacon, rodage, pipette graduée, etc..), ne pas essayer de forcer; appeler le professeur ou l'assistant.

## Bec Bunsen

L'utilisation d'une flamme peut provoquer un incendie si des produits inflammables se trouvent à proximité, aucun bec Bunsen ne sera utilisé dans un laboratoire où l'on manipule des produits inflammables. Si l'on doit chauffer un produit inflammable, il faut utiliser une plaque électrique.

Un bec Bunsen doit être éteint après usage en fermant l'arrivée de gaz sur le robinet du réseau.

## Déchets

En règle générale, les produits utilisés au laboratoire ne sont pas jetés à l'évier !

On évitera ainsi que ces substances se retrouvent dans le circuit des eaux usées et aboutissent dans les stations d'épurations.

On veillera particulièrement à ne **jamais** mettre dans les éviers des substances contenant:

- des sels d'argent,
- des sels de métaux lourds,
- des solvants organiques,
- des produits organiques,
- des produits à forte acidité ou basicité.

Des flacons de récupération seront à votre disposition pour l'élimination des déchets. Ils possèdent des étiquettes de différentes couleurs en fonction des catégories de déchets. Soyez attentifs aux consignes figurant dans les protocoles et suivez scrupuleusement les consignes des enseignants ou des assistants.

## GRAVIMETRIE

---

### 1) Introduction

L'analyse chimique comporte deux volets:

- l'analyse **qualitative**, au cours de laquelle il s'agit d'identifier les substances présentes dans un mélange. C'est ce type d'analyse que vous avez abordé dans la dernière séance de laboratoire de l'année précédente.
- l'analyse **quantitative**, ou dosage, au cours de laquelle on cherche à déterminer la quantité d'une substance particulière dans un mélange.

On appelle **gravimétrie** une analyse quantitative au cours de laquelle on mesure une masse de précipité. Au cours de celle-ci, on détermine la quantité d'une substance contenue dans une solution, en y introduisant un réactif engendrant une réaction de **précipitation**. La mesure de la masse du précipité obtenu permet de calculer la masse de réactif inconnue, en appliquant le *principe de la stœchiométrie*.

Dans ce laboratoire, et pour simplifier le problème, nous nous contenterons de vérifier la pertinence de cette méthode, sans effectuer la détermination d'une masse inconnue.

### 2) Partie pratique

**Recommandation** : la peau, au contact du nitrate d'argent, devient noire. En cas de contact avec ce produit, laver immédiatement la peau à grande eau.



### Précipitation quantitative

On désire faire précipiter les chlorures contenus dans une quantité connue de NaCl sous forme de leur sel d'argent.

- Sachant que le réactif est le nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3$ ), définir l'équation de la réaction.

### Manipulations

- Peser avec précision, sur la balance analytique, environ 0,4 [g] de NaCl et les dissoudre dans 25 [mL] d'eau distillée. Agiter avec une baguette de verre jusqu'à dissolution totale.
- Mesurer, dans un cylindre gradué, 80 [mL] d'une solution de nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3$ ) qui contient par litre 17 [g] de ce sel.
- Verser la solution de  $\text{AgNO}_3$  dans le bécher contenant NaCl et mélanger avec une baguette de verre.
- Peser un papier filtre avec précision, procéder à une filtration sur Büchner; laver le précipité avec 2 fois 20 [mL] d'eau.
- Retirer le papier filtre et le placer délicatement dans un couvercle de boîte de Pétri qui sera mis à l'étuve.
- Attendre quelques jours et peser le précipité.

Pour **calculer** la masse théorique de sel que l'on devrait obtenir, répondre aux questions suivantes :

- a) A partir des données pratiques, calculer la quantité en mole de chacun des réactifs.
- b) Indiquer si ces quantités respectent le rapport donné par la réaction chimique.
- c) Si non, lequel des réactifs est en excès ? Que devient cet excès au cours de la réaction ?
- d) Quelle est la quantité en mole théorique de précipité ?
- e) Quelle est la masse théorique de précipité ?
- f) Que se passerait-il, si l'on augmentait la quantité utilisée de NaCl? Justifiez votre réponse.
- g) Que se passerait-il, si l'on augmentait la quantité utilisée de AgNO<sub>3</sub> ? Justifiez votre réponse.

***Elimination des déchets :***

Le filtrat, soit la solution contenue dans l'erenmeyer après filtration, est à verser dans le bidon de récupération à l'étiquette noire (précipités d'argent).

Après pesée, le papier filtre et le précipité sont jetés dans un récipient en plastique déposé près des balances.

**Conclusion :**

- Comparer les résultats théoriques et pratiques. Commenter les résultats et suggérer des pistes pour expliquer les différences.

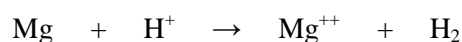
## ATTAQUE DU MAGNESIUM PAR UN ACIDE

---

### 1) Introduction

Lors de cette séance de laboratoire, vous allez effectuer une réaction au cours de laquelle s'observe un dégagement de gaz. Par la suite vous allez, grâce aux principes de la stœchiométrie et du volume molaire, comparer le volume de gaz théoriquement attendu lors de la réaction et le volume de gaz obtenu pratiquement.

Lors de cette séance nous allons faire réagir du magnésium avec de l'acide chlorhydrique. Voici l'équation partielle de la réaction :



*Équilibrez l'équation chimique de cette réaction et mentionnez les états physiques des différents composés.*

### 2) Partie pratique

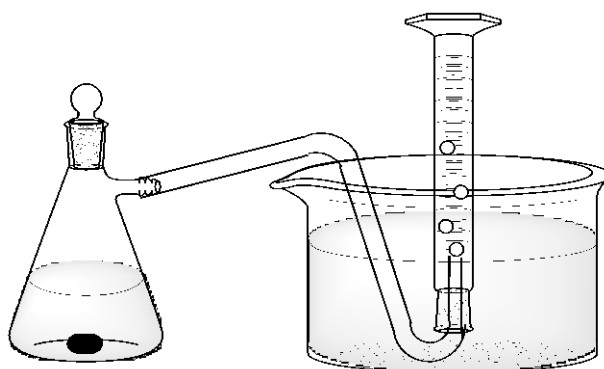
Composés utilisés :



L'acide chlorhydrique 2 mol/L est une solution corrosive et qui est irritante pour les yeux, la peau et les voies respiratoires.

**Manipulations :**

Vous allez réaliser le montage suivant :



- Remplir le cristallisoir au 3/4 d'eau.
- **Au dessus de l'évier**, remplir à ras bord le cylindre gradué d'eau, boucher en le haut avec votre main, puis renverser le dans le cristallisoir. Idéalement, le cylindre ne devrait pas contenir de bulles d'air au sommet.
- À votre place, fixer le cylindre gradué avec la pince.
- Peser avec la balance de précision environ 0,10 g de magnésium et les placer dans l'erlenmeyer.



- Prélever, à l'aide du bécher, environ 20 mL d'acide chlorhydrique 2 mol/L.
  - Fixer un bout du tube en plastique sur l'erenmeyer et introduire l'autre bout dans le cylindre gradué, **sans sortir ce dernier de l'eau.**
  - Introduire l'acide dans l'erenmeyer et le fermer immédiatement à l'aide du bouchon.
- Touchez le fond de l'erenmeyer, que constatez-vous ?*
- Attendre la fin du dégagement de gaz et relever le volume de gaz obtenu.
  - Compléter le tableau ci-dessous avec vos mesures puis refaire une seconde fois l'expérience.
  - Appeler l'enseignant ou l'assistant pour effectuer la démonstration.

*Quelle est la composition du gaz contenu dans le cylindre gradué en fin d'expérience ? Où se trouve le gaz formé lors de la réaction ?*

### **Élimination des déchets :**

Le contenu du bécher est à verser dans le bidon de récupération avec l'étiquette bleue (liquides inorganiques toxiques UN 3289).

### **3) Analyse des résultats :**

Compléter le tableau ci-dessous avec :

- *Les masses pesées (première colonne), à partir desquelles vous calculerez le nombre de mole de magnésium (seconde colonne).*
- *le nombre de mole de gaz théoriquement formé en considérant que le gaz est aux conditions normales de pression et de température (troisième colonne).*
- *le volume de gaz théoriquement formé (quatrième colonne).*
- *le volume de gaz mesuré au cours de l'expérience (dernière colonne).*

	Masse de Mg pesée [g]	Nombre de mole de Mg [mol]	Nombre de mole de gaz formé [mol]	Volume de gaz théoriquement formé [l]	Volume de gaz mesuré [l]
Expérience 1					
Expérience 2					

*Comparez les résultats des volumes de gaz attendus théoriquement et obtenu pratiquement. Expliquez quelles peuvent être les causes des éventuelles différences.*

## DETERMINATION DE LA MASSE MOLAIRE

---

### 1) Introduction

La détermination expérimentale de la formule brute d'un composé n'est pas une chose évidente. Les premiers composés pour lesquels cette détermination a été effectuée sont les corps organiques inflammables. Ainsi, dès 1830, l'analyse des résidus de combustion de tels composés permet d'en déterminer la composition, c'est-à-dire leur pourcentage en masse, de carbone, d'hydrogène et éventuellement d'oxygène, d'azote... Mais cette analyse laisse une ambiguïté sur la formule précise du corps. Pour lever cette ambiguïté, il faut pouvoir déterminer la masse molaire du composé.

### 2) Buts de l'expérience

- Déterminer expérimentalement la masse molaire d'un composé volatil.
- Connaissant en plus la composition de cette substance, prévoir sa formule brute.

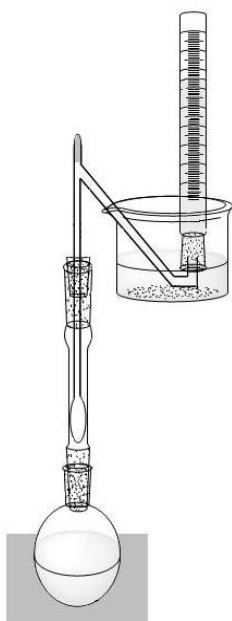
### 3) Partie pratique



Aucune flamme ne doit être utilisée à proximité du flacon contenant la substance à étudier car celle-ci est inflammable.

Le principal danger est celui de brûlures avec la vapeur d'eau qui fuit de l'appareillage.

### Schéma de l'appareillage



### 3) Partie pratique :

- Attendre que l'eau de l'appareillage soit à ébullition depuis au moins 10 minutes pour que la température soit stabilisée.
  - Remplir d'eau le tube gradué et le renverser (en posant le pouce sur son extrémité) sur le bécher et le tube recourbé (voir schéma, tube (2)).
  - Au moyen de la balance de précision, peser dans une petite ampoule de verre **au maximum 0,04 gramme** du produit volatil inconnu. (Faites-vous expliquer le maniement de la balance de précision par votre enseignant.) Noter la valeur exacte de la pesée.
  - Introduire rapidement l'ampoule (fermée !) dans le tube (1); placer un bouchon de caoutchouc sur le tube et attendre le dégagement gazeux.
- Observation:** Dans quelle partie de l'appareillage observez-vous ce dégagement de gaz?
- Attendre la fin du dégagement gazeux.
  - Enlever le tube gradué du bécher en le fermant avec le pouce et l'amener dans le récipient (3) rempli d'eau. Egaler les niveaux d'eau. Noter le volume de gaz dégagé.
  - Changer de tube et d'ampoule, puis refaire toute l'expérience après que la température de l'appareillage s'est stabilisée.
  - Relever la pression atmosphérique et la température du laboratoire.

**4) Analyse des résultats :**

Compléter le tableau ci-dessous avec :

- Les masses pesées (première colonne),
- Le volume de gaz dégagé (seconde colonne), à partir duquel vous calculerez le nombre de mole de gaz piégé dans le tube retourné en considérant que le gaz est aux conditions normales de pression et de température (troisième colonne).
- La masse molaire du produit testé (quatrième colonne).
- La moyenne des masses molaires obtenues (dernière colonne)

	Masse de produit pesé [g]	Volume de gaz dégagé [mL]	Nombre de mole de gaz piégé [mol]	Masse molaire du produit en [g/mol]	Moyenne des masses molaires obtenues
Expérience 1					
Expérience 2					

Expliquez comment les valeurs de pression et de température relevées influencent les résultats obtenus.

Connaissant la masse molaire de la substance inconnue, on peut **déterminer sa formule brute** si l'on connaît la nature et la proportion des éléments contenus dans ce composé. Ces renseignements peuvent être obtenus par une technique d'analyse appelée spectrométrie de masse. Dans ce laboratoire, nous ne ferons pas nous-mêmes cette analyse.

Pour le produit utilisé, les résultats seraient les suivants:

Élément trouvé:	Pourcentage de la masse totale:
C	62,06 %
O	27,58 %
H	10,36 %

*Calcul:* En utilisant ces chiffres et la masse molaire du composé, telle que vous l'avez déterminée (faites vérifier votre valeur par votre enseignant), calculez:

1°) la masse de chaque élément contenu dans une mole du composé X.

2°) le nombre de moles (de chaque élément) que représentent ces masses.

Déduisez-en la formule brute du composé X (expliquez comment vous trouvez les bons indices)

## LA COMBUSTION

---

### 1) Introduction

La **combustion** est une réaction chimique qui fait intervenir deux substances : le combustible et le comburant. Au cours de cette réaction le combustible est oxydé et le comburant réduit. Les combustions sont en principe accompagnées d'un dégagement d'énergie rapide qui se manifeste par la présence d'une flamme.

Le **combustible** est souvent un produit organique, c'est-à-dire composé principalement de carbone et d'hydrogène (ex: essence, alcool...). Dans ce cas, la couleur de la flamme dépend essentiellement des particules solides de carbone qu'elle contient. Mais certains métaux brûlent aussi en émettant une flamme violente: c'est le cas par exemple du magnésium, utilisé autrefois pour les ampoules des flashes.

Le **comburant** est en principe un gaz, le plus fréquemment l'**oxygène**.

Au cours de cette démonstration, on effectue la combustion de deux combustibles :  
le **carbone** (charbon de bois) d'une part, le **fer** (paille de fer) d'autre part.

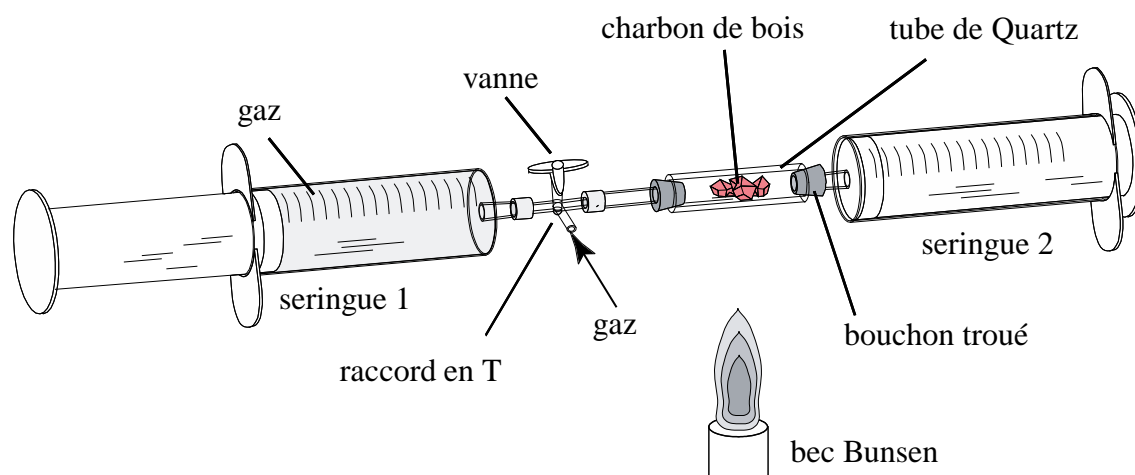
### 2) Buts de l'expérience

Observer la combustion de deux solides, analyser le gaz résiduel s'il y a lieu, et décrire ces réactions en termes d'équations chimiques.

Expliquer l'origine des variations des volumes de gaz ainsi que celles des masses des solides.

### 3) Partie pratique

#### 3.1) Schéma du montage :



#### 3.2) Manipulations



- Le tube de quartz pouvant être extrêmement chaud, il faut le laisser refroidir avant toute manipulation !
- La flamme, parfois peu visible, peut être la source de graves brûlures. On veillera particulièrement à protéger ses cheveux !
- En cas de mauvaise manipulation, les pistons peuvent être violemment éjectés. Ne pas mettre son visage dans l'axe de l'appareillage !



Les solutions d'hydroxydes de calcium, corrosives et toxiques par ingestion, ne doivent pas être utilisées par les élèves pour mettre en évidence le CO<sub>2</sub> expiré au cours de la respiration

### **3.2.1) Combustion du charbon de bois**

*Les manipulations décrites ci-dessous seront démontrées par l'enseignant ou l'assistant en brûlant du charbon de bois en présence d'air ou d'azote.*

#### **Première partie : combustion dans l'air**

- Peser précisément une masse proche de 0,5 g de charbon de bois.
- Après avoir introduit ce combustible dans le tube de verre, les étapes importantes de ces manipulations sont successivement :
  1. de chauffer légèrement le tube pour éliminer l'humidité contenue dans le charbon de bois
  2. de vider le tube de verre du gaz qu'il contient (en extrayant 40 mL à l'aide de la seringue 1)
  3. de remplir la seringue 1 avec 80 mL de gaz "comburant" (ici l'air ou l'azote)
  4. de chauffer le tube de verre afin d'amener le combustible à haute température
  5. de transférer lentement le gaz d'une seringue à l'autre en observant les fragments de combustible. Cette étape peut être répétée plusieurs fois.
  6. de mesurer le volume de gaz résiduel une fois l'installation refroidie.
  7. de faire barboter, s'il y a lieu, le gaz résiduel contenu dans l'installation dans une éprouvette contenant de l'eau de chaux.
  8. de peser le solide restant.
- Consigner vos résultats dans le tableau figurant au point 4.1 :

#### **Deuxième partie : combustion dans l'oxygène**

Procéder par analogie avec la description des manipulations figurant ci-dessus. Suivre également les consignes, données par l'enseignant ou l'assistant, relatives à l'utilisation des ballons contenant de l'oxygène.

### **3.2.2) Combustion de la paille de fer**

Effectuer les mêmes manipulations que celles décrites ci-dessus en remplaçant le charbon de bois par de la paille de fer.

4) **Observations**

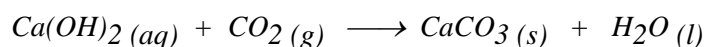
4.1) Relevé des volumes de gaz résiduel observés pour chacune des combustions :

Combustible	En présence de	Volume de gaz initial	Volume de gaz résiduel
Charbon de bois			
Charbon de bois			
Paille de fer			
Paille de fer			

4.2) Après avoir également fait barboter dans de l'eau de chaux, de l'oxygène pur d'une part, et de l'air « expiré » d'autre part, remplir le tableau suivant :

Gaz barbotant dans l'eau de chaux :	Observation :
Oxygène	
Air « expiré » (manipulation de l'enseignant)	
Gaz résiduel de la combustion du ..... dans .....	
Gaz résiduel de la combustion du ..... dans .....	
Gaz résiduel de la combustion du ..... dans .....	
Gaz résiduel de la combustion du ..... dans .....	

Sachant que l'eau de chaux est une solution de  $\text{Ca(OH)}_2$  et que cet hydroxyde de baryum réagit avec le gaz carbonique selon :



expliquer les observations consignées dans le tableau ci-dessus, puis le rôle de l'eau de chaux dans cette expérience.

5) **Conclusion.**

Répondez aux questions distribuées par votre enseignant.

## VOLUMETRIE

---

### 1) Introduction

Ce laboratoire a pour but de déterminer la concentration d'une solution en faisant appel à la technique de la volumétrie.

Le terme **volumétrie** signifie "mesure par le volume". Il s'agit d'une méthode d'analyse quantitative.

On effectue une réaction entre deux substances en solution : l'une de concentration inconnue, l'autre de concentration connue. La mesure des volumes nécessaires pour que la réaction soit quantitative permet de déterminer la concentration inconnue. La réaction est quantitative lorsque les quantités de réactifs utilisés sont stœchiométriques.

Cette méthode est également appelée titration, puisqu'elle permet de déterminer le titre, ou concentration massique d'une solution.

La réaction la plus utilisée pour effectuer une volumétrie est la neutralisation. C'est cette méthode que nous pratiquerons. Au cours des neutralisations que nous effectuerons, le point exact de neutralisation est mis en évidence grâce à un **indicateur** acide-base

### 2) Partie pratique



Aux dilutions utilisées dans ce laboratoire, les acides et bases que vous manipulez ne présentent pas de danger s'ils sont utilisés avec précaution.

En cas de contact avec la peau laver abondamment à l'eau.



Le port des lunettes est rigoureusement obligatoire. Les hydroxydes et acides sont **corrosifs**. Leur contact avec les yeux est à éviter absolument.

En cas de contact avec les yeux rincer immédiatement à l'eau, en maintenant les paupières écartées.

Après neutralisation, les solutions ne présentant plus de danger, elles peuvent être éliminées à l'évier.

#### 2.1) Préparation d'une solution 0,2 [mol/L] de HCl, puis vérification de la concentration de cette solution par neutralisation avec NaOH.

##### 2.1.1) Préparation de la solution.

A partir d'une solution de HCl 1 [mol/L] préparer, par dilution, 100 mL d'une solution 0,2 [mol/L].

Matériel à disposition: ballons jaugés de 100 mL et pipettes de 10 et de 20 mL.

*Décrivez, et justifiez par un calcul, la méthode de préparation de la solution de HCl 0,2 [mol/L].*

### 2.1.2) Titration de la solution.

La concentration de la solution de HCl est vérifiée par titration avec NaOH 0,1 [mol/L] en présence de bleu de bromothymol (indicateur acide-base abrégé B.B.T).

- Prélever, au moyen d'une pipette jaugée, 10 [mL] de la solution d'acide chlorhydrique que vous avez préparée et les verser dans un bécher de 100 [mL].
- Ajouter quelques gouttes de B.B.T
- Neutraliser goutte à goutte jusqu'au point de virage de l'indicateur et relever le volume de base NaOH 0,1 [mol/L] utilisé.
- Répéter ces opérations une deuxième fois.
- Etablir la moyenne des résultats obtenus.

Il s'agit maintenant de vérifier par calcul la concentration de la solution de HCl !

#### Explications de la méthode.

"Pour atteindre le point de neutralisation, vous avez dû ajouter le même nombre de moles de ions  $\text{OH}^-$  amenés par la base que de ions  $\text{H}^+$  fournis par l'acide".

Essayez de trouver, pour cette neutralisation, l'équation algébrique qui rend compte de cette affirmation. Dans cette équation, utilisez :

- le volume d'acide noté par  $V_a$  , celui de base noté  $V_b$
- la concentration initiale d'acide notée  $C_a$  et celle de base notée  $C_b$

- Utilisez l'équation ci-dessus pour calculer la concentration de la solution de HCl.

### 2.2) Vérification de la concentration d'une solution de $\text{H}_2\text{SO}_4$

On procède selon la même technique de titration que celle vue au point 2.1.2 pour vérifier la concentration d'une solution de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

- Prélever, au moyen d'une pipette jaugée, 20 [mL] d'une solution d'acide sulfurique de concentration connue et les verser dans un bécher de 100 [mL].
- Ajouter quelques gouttes de B.B.T.
- Neutraliser goutte à goutte jusqu'au point de virage de l'indicateur et relever le volume de base NaOH 0,1 [mol/L] utilisé.
- Répéter ces opérations une deuxième fois.
- Etablir la moyenne des résultats obtenus.

Vérifier la concentration de l'acide sulfurique.



La formule construite au point précédent est-elle toujours valable ?

Si non expliquez pourquoi et adaptez-la pour qu'elle puisse être utilisée pour tout acide ou toute base :

### 2.3) Dosage de l'acide acétique ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) contenu dans le vinaigre

*On neutralise l'acide acétique ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) contenu dans 2 [mL] de vinaigre acheté dans le commerce par une solution de  $\text{NaOH}$  0,1 [mol/L]. Dans cette réaction l'indicateur choisi est la phénolphtaléine.*

- Ecrire l'équation de la réaction de neutralisation.
- Prélever, au moyen d'une pipette, 2 [mL] de vinaigre et les verser dans un bécher de 100 [mL].
- Ajouter un peu d'eau distillée et quelques gouttes d'un indicateur acido-basique (thymolphtaléine).
- Effectuer le dosage et noter le volume de base nécessaire à la neutralisation.
- Répéter une deuxième fois ces opérations.

Calculer, sur la base de la moyenne des résultats obtenus, la concentration molaire et le titre de l'acide éthanoïque contenu dans le vinaigre.

## SYNTHESE DE L'ACIDE CHLORHYDRIQUE (HCl)

### 1) Introduction

Au cours de cette séance de laboratoire, vous allez effectuer la synthèse d'un produit chimique, c'est-à-dire que vous allez, en faisant réagir les réactifs appropriés, fabriquer une nouvelle substance.

L'appareillage que vous utiliserez est semblable (en plus petit) à ceux qui étaient employés pour les synthèses dans l'industrie chimique (actuellement, on a recours à un procédé différent). Le composé que vous allez obtenir, l'acide chlorhydrique, est produit industriellement dans le monde à raison d'environ 20 millions de tonnes par année. On l'utilise pour le décapage des métaux, la préparation de certains chlorures et de composés organiques chlorés (solvants, plastiques, médicaments...).

L'acide chlorhydrique pur est un gaz aux conditions ambiantes. Il est alors appelé généralement chlorure d'hydrogène. Au laboratoire du Collège, vous produirez une solution aqueuse de HCl (HCl est très soluble dans l'eau). Les réactifs employés seront du chlorure de sodium (NaCl, le sel de cuisine) solide, et de l'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) en solution aqueuse très concentrée.

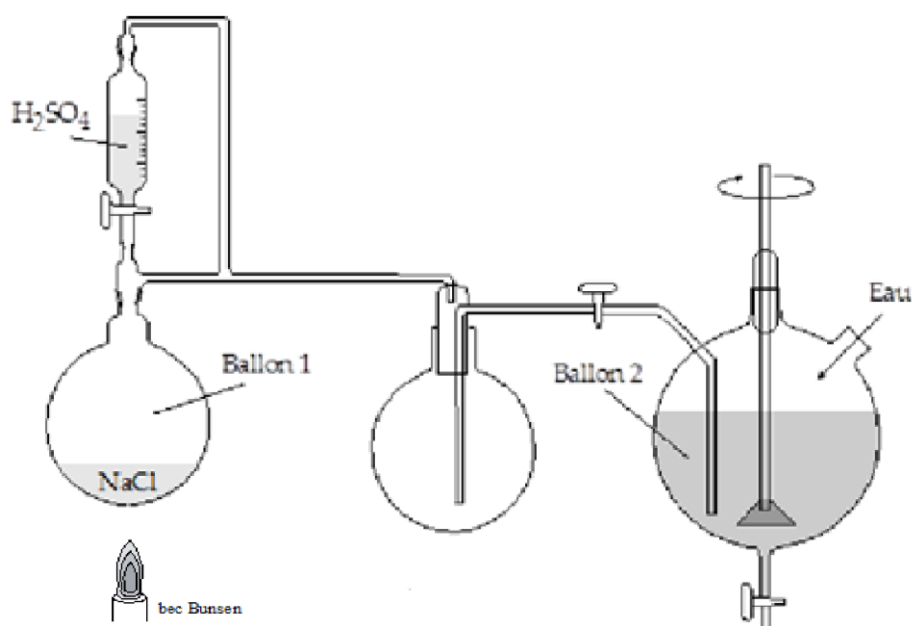
### 2) But de l'expérience

En plus de la synthèse déjà évoquée ci-dessus, vous effectuerez au cours de votre expérience un dosage, technique appelé également titration, de la solution d'acide obtenue.

Les résultats de ce dosage vous permettront de :

- mettre en évidence l'évolution au cours du temps de la concentration du HCl obtenu
- calculer la masse de HCl produit
- déterminer le rendement de cette synthèse.

### Schéma de l'appareillage



### 3) Les réactions intervenant au cours de cette expérience

- La production de HCl a lieu lorsque l'acide sulfurique entre en contact avec le chlorure de sodium selon la réaction :  $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{NaCl} \rightarrow \text{HCl} + \text{NaHSO}_4$
- L'analyse de la quantité d'acide chlorhydrique formée s'effectue par un dosage volumétrique et repose sur la réaction de neutralisation :  $\text{HCl} + \text{NaOH} \rightarrow \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$

### 4) Partie pratique



L'acide sulfurique contenu dans l'ampoule à ajouter est très dangereux. Il provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves. **Il ne sera pas manipulé par les élèves.**

Comme pour le laboratoire de volumétrie, le port des lunettes est strictement obligatoire. En cas de contact avec les yeux, rincer immédiatement à l'eau, en maintenant les paupières écartées.

La solution de HCl que vous obtiendrez ainsi que celle de NaOH utilisées pour le dosage sont suffisamment diluées pour n'être que peu corrosives et considérées comme **irritantes**. Ces solutions peuvent être jetées à l'évier en fin d'expérience

**Au cours de ce laboratoire, vous travaillerez à quatre (soient deux groupes) sur un même appareillage. Veillez donc à bien vous répartir les tâches afin d'éviter les bousculades devant les chapelles !**

**D'autre part, les prélèvements et dosages effectués se feront de manière alternée entre les deux groupes. Respectez scrupuleusement les consignes données par l'enseignant ou l'assistant !**

1. Peser avec précision **environ 20 [g] de NaCl** et les introduire dans le ballon 1.
2. Introduire **750 [mL] d'eau** dans le ballon 2 et enclencher l'agitateur.
3. Demander à l'assistant ou à l'enseignant de verser **25 [mL] d'acide sulfurique concentré** dans l'ampoule à robinet.
4. Laisser **l'assistant ou l'enseignant** régler le débit de l'acide sulfurique (environ 1 goutte par seconde).
5. Allumer le bec bunsen et placer la grille de protection.
6. Régler la minuterie sur 5 minutes, ou faire démarrer le chronomètre.

*Observations: Notez ce que vous observez dans les ballons 1 et 2 dès le début de la réaction. Surveillez le ballon 2 pendant quelques minutes. Comment évolue la formation des bulles dans le ballon 2 ?*

7. Cinq minutes après le début de la réaction, **prélever 30 [mL]** de la solution d'acide chlorhydrique et les recycler. Prélever encore 30 [mL] de solution et réenclencher la minuterie pour 5 minutes.
8. Avec les 30 mL de solution prélevée, préparer 2 échantillons de 10 [mL] à doser par NaOH 0,4 [mol/L] en présence d'un indicateur. Recycler l'excès de solution.
9. Effectuer le **dosage** de ces deux échantillons en utilisant la technique de **volumétrie** vue dans un précédent laboratoire.

10. Répéter ces opérations (7-8-9) toutes les 5 minutes (en consultant le chronomètre) jusqu'à la fin de production de HCl. (Si l'on a utilisé une minuterie, ne pas oublier de la régler à nouveau sur 5 minutes après chaque prélèvement!).
11. Quand la formation de mousse dans le ballon 1 diminue, appeler l'assistant ou l'enseignant.
12. Avec l'aide de l'enseignant ou de l'assistant, vous mettrez en évidence les phénomènes se déroulant dans l'appareillage en fin de réaction.

*Observations :*     *Observez l'aspect du contenu du ballon 1.*

13. Effectuer encore un prélèvement pour un dernier dosage (pas nécessaire si cela vient d'être fait !)

### **Résultats et discussion :**

- a) Trouver une explication à toutes les observations effectuées au cours de l'expérience.
- b) Utiliser la moyenne des volumes de NaOH obtenus pour les deux groupes pour calculer la concentration molaire de l'acide, et consignez les résultats dans un tableau.
- c) Commenter l'évolution de la concentration de HCl au cours de la synthèse.
- d) Représenter cette évolution par un graphique.
- e) Calculer le nombre de moles de HCl que la réaction a produit en pratique?
- f) Calculer le nombre de moles de NaCl utilisé.
- g) Quel est le réactif limitant dans cette synthèse? Justifier votre réponse.
- h) Calculer le nombre de moles théorique de HCl produit par la réaction.
- i) Pour comparer le résultat pratique et le résultat théorique, calculer le rendement de la synthèse.
- j) Commenter ce rendement et trouver des explications plausibles au fait qu'il ne soit pas de 100%.

## LES REACTIONS D'OXYDO-REDUCTION

### 1) Introduction

Les réactions étudiées au cours de ce laboratoire ont une caractéristique commune : le changement du nombre d'oxydation de certains atomes au cours de la réaction. Ce changement résulte d'un transfert d'électrons entre deux atomes.

Ces réactions sont appelées réactions d'oxydo-réduction.

Nous allons tout d'abord revoir le principe à la base de l'équilibre d'une réaction d'oxydo-réduction. Nous verrons ensuite comment on peut prévoir, lorsque deux substances sont en contact, si une réaction d'oxydo-réduction peut avoir lieu, en identifiant l'oxydant et le réducteur.

### 2) Partie pratique



Le permanganate de potassium,  $\text{KMnO}_4$  est, lorsqu'il est pur (donc en poudre) une substance dangereuse. Très réactif, il favorise la combustion des matières combustibles et provoque des brûlures au contact de la peau.

À la dilution utilisée, 0,2 [mol/L], il ne présente plus ces dangers, mais reste nuisible pour l'environnement.



L'acide sulfurique dilué à 1 [mol/L] reste un produit irritant pour les yeux et la peau. En cas de contact avec ce produit, laver immédiatement la peau à grande eau.

Le ferricyanure de potassium, ou hexacyanoferrate de fer(III) ( $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ) n'est pas considéré comme toxique. Il ne doit toutefois pas être mis au contact d'acides concentrés.

### A. Introduction à l'équilibrage d'une réaction d'oxydo-réduction

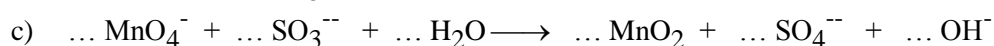
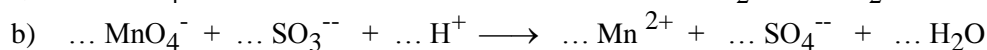
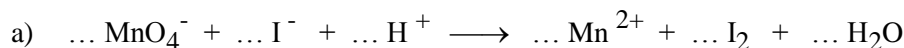
- Dans 3 éprouvettes, introduire 4 mL d'eau puis 3 gouttes de solution de  $\text{KMnO}_4$  (env. 0,2 mol/L)
- Dans les deux premières éprouvettes ajouter 2 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (env. 1 mol/L)
- Dans la 1<sup>ère</sup> éprouvette, ajouter 1 mL d'une solution de KI (env. 5%)
- Dans la 2<sup>ème</sup> et la 3<sup>ème</sup> éprouvette, ajouter 2 mL d'une solution de  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  (env. 5%)

Notez les changements de couleur et d'aspect du contenu des éprouvettes.

On sait que :

- les solutions de  $\text{Mn}^{++}$  sont incolores
- $\text{Mn}^{4+}$  forme des oxydes insolubles de couleur marron
- une solution aqueuse d'iode moléculaire est orange-brune

Sur la base de ces informations, attribuez à chaque éprouvette la réaction qui convient et expliquez les changements que vous venez de noter:



Identifiez dans ces équations les états d'oxydation du manganèse, de l'iode et du soufre, puis équilibrez les équations ci-dessus.

- Le contenu de ces trois éprouvettes est à verser dans le bidon de récupération à l'étiquette bleue (liquides inorganiques toxiques UN3289)

**B. Lequel oxyde, lequel réduit ?**

- Dans une éprouvette vide, introduire une spatule de  $\text{FeSO}_4$ , puis ajouter 6 ml d'eau. Agiter l'éprouvette jusqu'à dissolution complète du sel. Répartir également le contenu de cette dernière entre deux éprouvettes.  
Plonger ensuite une tige de cuivre propre (au besoin la nettoyer avec un chiffon abrasif) dans l'une des deux éprouvettes.
- Introduire environ 3 [mL] d'une solution de  $\text{CuSO}_4$  dans deux autres éprouvettes.  
Plonger ensuite une tige de fer propre (au besoin la nettoyer aussi avec un chiffon abrasif) dans l'une des deux éprouvettes.
- Dans chacune des éprouvettes ne contenant que des solutions, ajouter 3 gouttes de ferricyanure de potassium.

*Sans donner l'équation des réactions, indiquer le rôle du ferricyanure.*

- Retirer les tiges de métal des éprouvettes.

*Notez les éventuels changements observés sur les tiges de fer et de cuivre.*

- Ajouter 3 gouttes de ferricyanure de potassium dans les éprouvettes où les tiges métalliques avaient été plongées.

*Que constatez-vous?*

*En vous référant aux explications du maître et à votre cours sur les réactions d'oxydo-réduction :*

*Indiquez l'équation des réactions qui se sont éventuellement produites dans l'une ou l'autre des éprouvettes.*

*Justifiez votre réponse en vous basant sur le tableau de la série électrochimique donnée ci-dessous*

- Nettoyer les tiges métalliques (en les frottant sous l'eau avec un chiffon abrasif) et les sécher.
- le contenu des éprouvettes est à verser dans le bidon de récupération à l'étiquette brune.

**Extrait de la série électrochimique**

Oxydant	est réduit → ← est oxydé	Réducteur	Potentiel d'oxydo-réduction [V]
<i>(Fortement oxydant)</i>			
$\text{MnO}_4^-$ (milieu acide)		$\text{Mn}^{++}$	+ 1,49
$\text{Au}^{+++}$		Au	+ 1,42
$\text{Cl}_2$		$\text{Cl}^-$	+ 1,36
$\text{NO}_3^-$ (milieu acide)		NO	+ 0,96
$\text{Ag}^+$		Ag	+ 0,80
$\text{Fe}^{+++}$		$\text{Fe}^{++}$	+ 0,77
$\text{Cu}^{++}$		Cu	+ 0,34
$\text{H}^+$		$\text{H}_2$	0 (convention)
$\text{Fe}^{++}$		Fe	- 0,41
$\text{Zn}^{++}$		Zn	- 0,76
$\text{Mg}^{++}$		Mg	-2,37
$\text{Na}^+$		Na	- 2,71
		<i>(Fortement réducteur)</i>	

---



---

## FABRICATION D'UNE PILE

---



---

### 1) Introduction

Une application importante des réactions d'oxydo-réduction est la constitution d'une pile électrochimique.

Une pile est un système qui transforme l'énergie d'une réaction chimique en énergie électrique,

L'une des premières piles, réalisée par Alessandro Volta en 1800, était constitué d'un "empilement" de disques de deux métaux différents, séparés par des disques de feutre imbibés d'une solution saline, d'où le nom de l'invention.

### 2) Partie pratique

En veillant à l'équilibre de votre support qui doit contenir quatre éprouvettes :

- Remplir au 2/3 deux éprouvettes d'une solution 1 [mol/L] de **sulfate de zinc**. Introduire dans chacune d'elle une plaque de **zinc** (appelée électrode) munie d'une fiche électrique.
- remplir au 2/3 les deux autres éprouvettes d'une solution [mol/L] de **sulfate de cuivre**. Introduire dans chacune d'elle une plaque de **cuivre** (électrode) munie également d'une fiche.
- Relier une paire d'éprouvettes de contenus différents par un "pont" constitué par un ruban de chiffon absorbant imbibé d'une solution de sulfate de sodium (chiffon jaune).
- Régler le multimètre sur " $20 \overline{\text{V}}$ ".
- Relier par un fil électrique une électrode à l'entrée "COM" et l'autre à l'entrée " $\text{V}\Omega$ ".
- Enclencher le multimètre.

*Dessinez le schéma de votre montage avec une légende et sur la base de la série électrochimique expliquez les réactions survenant dans les éprouvettes.*

- Retirer momentanément le "pont".

*Que constatez-vous ?*

- Remplacer le "pont" précédent par l'autre chiffon imbibé d'eau distillée (chiffon vert).

*Que constatez-vous ?*

*De ces constatations, déterminez les espèces chimiques nécessaires dans le pont pour que la pile fonctionne. Indiquez sur votre schéma ce qui se passe dans le pont lorsque la pile fonctionne.*

- Relier à nouveau la paire d'éprouvettes de contenus différents par un "pont" constitué par un ruban de chiffon absorbant imbibé d'une solution de sulfate de sodium (chiffon jaune).
- Introduire dans la borne " $\overline{\text{mA}}$ " la fiche précédemment dans l'entrée " $\text{V}\Omega$ ". Régler le multimètre sur "20 mA".

*Sachant qu'une ampoule de lampe de poche doit être parcourue par une intensité de l'ordre de 0,1 A pour s'illuminer, pensez-vous avoir confectionné une pile performante ?*

- Rajouter un second pont (chiffon jaune) entre les deux éprouvettes et mesurer à nouveau l'intensité.

*Que constatez-vous ? Expliquez ce phénomène.*

- En utilisant également la deuxième paire d'éprouvettes, ainsi qu'une ou plusieurs rubans et les fils nécessaires, constituez une batterie permettant de délivrer une tension double de celle observée précédemment.

*Effectuez un schéma de votre montage et justifiez pourquoi vous avez pu obtenir cette valeur de tension.*

***Élimination des déchets et nettoyage :***

- Le contenu de chaque éprouvette est à verser dans le bidon de récupération à l'étiquette bleue (liquides inorganiques toxiques UN 3289).
- Les "ponts" sont rincés à l'eau courante et replacés dans la solution appropriée : les chiffons jaunes dans la solution de sulfate de sodium et les chiffons verts dans l'eau distillée.
- Les éprouvettes et les électrodes nettoyées sont remises sur votre place de travail.



## VITESSE DE REACTION

---

### 1) Introduction

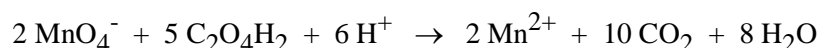
Au cours de ce laboratoire, nous étudierons deux réactions. La première nous permettra de montrer le comportement le plus habituel d'une réaction lente.

Une deuxième, de comportement plus particulier, nous permettra de déterminer précisément la fin de la réaction, et ainsi d'étudier l'influence sur la vitesse d'une réaction des facteurs suivants :

- A. La concentration d'un des réactifs
- B. La température.

### 2) Première réaction

Nous allons suivre ici la réduction du manganèse au cours de sa réaction avec l'acide oxalique :



La progression de la réaction est révélée par la disparition de la couleur de la solution, couleur due à la présence du ion  $\text{MnO}_4^-$ .

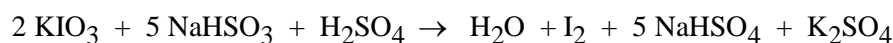
- Mesurer, dans un cylindre gradué, 20 ml d'acide oxalique 0,05 [mol/L] et les introduire dans un bécher de 100 ml. Y ajouter, à l'aide du même cylindre, 5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2 [mol/L].
- Introduire dans la solution obtenue 2 gouttes de permanganate de potassium ( $\text{KMnO}_4$ ) 0,2 [mol/L].
- Observer le comportement de la réaction.
- Vider le contenu du bécher dans le bidon de récupération à l'étiquette bleue (liquides organiques toxiques UN 2927)

*Notez vos observations et tentez de les expliquer.*

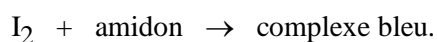
*En fonction de vos observations, et sans calculs, pouvez-vous savoir quel réactif, de l'acide oxalique ou du permanganate de potassium, est en excès ?*

### 3) Deuxième réaction

Cette réaction est également une oxydo-réduction. Au cours de celle-ci il se forme de l'iode. Elle se déroule en plusieurs étapes, mais peut être résumée par la réaction globale suivante :



L'apparition de  $\text{I}_2$  est mise en évidence par de l'amidon :



Lors de chaque expérience, on mesurera le temps nécessaire pour que la coloration bleue se répande dans toute l'éprouvette.

### 3.1 Appareillage

L'appareillage consiste en un support sur lequel on peut placer 3 éprouvettes surmontées de 3 seringues.

### 3.2 Réactifs

Solution A : solution aqueuse de  $\text{KIO}_3$

Solution B : solution acide de  $\text{NaHSO}_3$  et d'amidon

### 3.3 Manipulations

#### A. Etude de l'influence de la concentration sur la vitesse de réaction

- Introduire une trentaine de mL de solution A dans un bécher propre.
- A l'aide d'une pipette pour la solution A (prélevée dans le bécher), et d'une burette pour l'eau, introduire les quantités suivantes dans les éprouvettes que l'on placera dans l'ordre sur le support:

	Eprouvette I	Eprouvette II	Eprouvette III
Solution A	5 [mL]	5 [mL]	5 [mL]
Eau distillée	34 [mL]	33 [mL]	31 [mL]

- Introduire une vingtaine de mL de solution B dans un bécher propre. À l'aide de la seringue I, en aspirer 1 [mL].
- Placer la seringue au-dessus de l'éprouvette I.
- Déclencher le chronomètre au moment où l'on enfonce rapidement le piston de la seringue. Agiter brièvement la solution avec une baguette de verre. Arrêter le chronomètre à l'instant précis où la coloration bleue s'est répandue dans toute la solution. Noter ce temps ( $t_I$ ).
- Aspirer, à l'aide de la seringue II, 2 [mL] de la solution B contenue dans le bécher. Répéter les opérations décrites ci-dessus pour déterminer  $t_{II}$ .
- Aspirer, à l'aide de la seringue III, 4 [mL] de la solution B contenue dans le bécher. Répéter les opérations décrites ci-dessus pour déterminer  $t_{III}$ .
- Relever la température d'un des mélanges.
- Vider le contenu des éprouvettes dans le bidon de récupération à l'étiquette bleue (liquides inorganiques toxiques UN 3289)

*Comment évolue quantitativement la concentration de la solution B dans les éprouvettes I, II et III ?*

*Sachant que la vitesse d'une réaction dépend du nombre de "collisions" entre les molécules, expliquez vos résultats.*

#### B. Etude de l'influence de la température sur la vitesse de réaction.

- Introduire dans les éprouvettes II et III :
 

Solution A :	5 [mL]
Eau distillée :	34 [mL]
- Placer l'éprouvette II dans un bain-marie jusqu'à ce que son contenu atteigne 50 [°C], et l'éprouvette III dans un bain de glace jusqu'à ce que son contenu atteigne environ 7 [°C].
- Aspirer 1 [mL] de la solution B dans les seringues II et III.
- Replacer rapidement l'éprouvette II sur son support et mesurer le temps de réaction comme pour la première expérience.
- Mesurer et noter la température du mélange immédiatement après la fin de la réaction.
- Répéter les deux dernières opérations avec l'éprouvette III.
- Vider le contenu des éprouvettes dans le bidon de récupération à l'étiquette bleue (liquides inorganiques toxiques UN 3289)

*Comment expliquez-vous l'influence de la température sur la vitesse d'une réaction ?*

#### C. Mise en évidence d'une des étapes de la réaction.

Cette mise en évidence sera effectuée par votre enseignant(e). Reportez-vous à ses explications.

**DEPLACEMENT D'EQUILIBRE****Etude de l'équilibre de la réaction d'hydratation du chlorure de cuivre**

Substance utilisée :



Etant considéré comme toxique pour les organismes aquatiques, le **chlorure de cuivre(II)** ne doit pas être éliminé à l'évier.

*Remarque préliminaire*

Les composés de cuivre(II) sont fréquemment de couleur bleue. Et pourtant cette couleur ne dépend pas uniquement de l'ion  $\text{Cu}^{++}$  mais plutôt de l'environnement dans lequel il se trouve. Entouré de molécules d'eau, c'est à dire hydraté, il possède la couleur caractéristique des solutions de sulfate de cuivre(II) que vous avez déjà utilisées.

Le sulfate de cuivre en poudre que nous utilisons est pentahydraté, c'est à dire de formule :  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ . Chauffé à  $130^\circ\text{C}$ , il se déshydrate partiellement, il perd 4 molécules d'eau et devient presque incolore.

**A. Influence d'une modification de concentration.**

Lorsque l'on dissout du chlorure de cuivre(II) dans une solution contenant de l'eau, une partie des ions  $\text{Cu}^{++}$  s'hydrate pour former le complexe  $\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_6^{++}$ , le reste des ions  $\text{Cu}^{++}$  formant le complexe  $\text{CuCl}_4^{--}$  avec les ions  $\text{Cl}^-$ .

Il s'établit alors l'équilibre :  $\text{CuCl}_4^{--} + 6 \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons (\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_6)^{++} + 4 \text{Cl}^-$

**A1)**

- Dans 2 éprouvettes, introduire 2 [mL] (environ 2 cm) de la solution **aqueuse** de  $\text{CuCl}_2$ . Garder la première éprouvette comme témoin.
- Dans la deuxième éprouvette, ajouter une spatule de NaCl, boucher l'éprouvette et agiter-la. Observer le changement de couleur par rapport à la solution témoin.

*Déduisez de ce qui précède, quels sont les ions responsables des différentes colorations observées.*

**A2)**

- Dans 3 autres éprouvettes **sèches**, introduire 2 [mL] de la solution **alcoolique** de  $\text{CuCl}_2$ . Si vous utilisez un entonnoir, veiller à ce qu'il soit également sec ! Garder la première éprouvette comme témoin.
- Dans la deuxième éprouvette, ajouter de l'eau goutte à goutte, jusqu'à un changement net de coloration (environ 1 mL). Observer le changement de couleur par rapport à la solution témoin.

*Vos observations confirment-elles les déductions effectuées sous A1 ?*

**B. Influence d'une modification de température.**

- Dans la troisième éprouvette de solution alcoolique de chlorure de cuivre, ajouter quelques gouttes d'eau de façon à obtenir une couleur intermédiaire entre les extrêmes obtenues au point précédent (environ 0,5 mL). Boucher l'éprouvette.
- Placer ensuite l'éprouvette dans un bécher contenant de la glace.  
Attendre quelques minutes puis noter et commenter les changements observés.
- Introduire la même éprouvette dans un bain-marie à 55 [°C].  
Attendre quelques minutes puis noter et commenter les changements observés.

*Déduisez de vos observations le sens exothermique de la réaction. Justifiez votre réponse.*

*Comment varie la constante d'équilibre avec l'augmentation de la température pour cette réaction ?*

*Elimination des déchets*

En fin de séance de laboratoire, le contenu de chaque éprouvette est à verser dans le bidon de récupération à l'étiquette rouge (liquides inflammables, toxiques et corrosifs, UN 3286)

## pH-METRIE

---

### I Introduction

La pH-métrie est l'étude du pH des solutions aqueuses.

Elle permet aussi de suivre l'évolution du pH au cours d'une volumétrie acide-base. Elle peut donc être une méthode d'analyse quantitative.

Le dispositif de mesure du pH est constitué d'un **pH-mètre** et d'une **électrode combinée** plongeant dans la solution étudiée. L'électrode est appelée "combinée", car une partie de cette électrode constitue un système chimique assurant un potentiel constant, alors que l'autre partie possède un potentiel qui dépend de la concentration en ions  $H^+$  de la solution étudiée.

Ce système constitue une pile, le pH-mètre étant en fait un potentiomètre (voltmètre), qui mesure la différence de potentiel entre les deux parties de cette pile, mais son échelle est graduée en unité de pH.

**L'électrode la plus souvent utilisée pour la mesure d'un pH est l'électrode de verre. Celle-ci comporte à sa base une membrane (en forme de bulbe) en verre très fin ... donc très délicat !**

Cette membrane est très sensible aux ions  $H^+$ . A l'intérieur de la membrane réside une solution acide de pH constant. La différence de concentration en ions  $H^+$  entre l'intérieur de la membrane et la solution amène l'électrode de verre à un certain potentiel, qui est comparé par le potentiomètre à celui de l'électrode de référence.

La différence de potentiel mesurée est proportionnelle au pH. Mais elle dépend également des électrodes utilisées, il est donc nécessaire d'étalonner un pH-mètre avant l'usage, à partir de solution de pH connus. Lorsque vous utiliserez les pH-mètres de laboratoire, ce réglage a déjà été effectué, il est donc impératif de **ne pas modifier le réglage effectué**.

Dans les laboratoires, on utilise de plus en plus fréquemment des ordinateurs comme outil d'acquisition de données expérimentales. Vous découvrirez également cet usage de l'ordinateur au cours de ce laboratoire. Notez que, dans cette expérience, l'ordinateur ne fait que convertir les potentiels mesurés par l'électrode pour afficher une valeur de pH; il ne fait donc rien de plus que ce qu'effectue un pH-mètre !

### II Partie expérimentale.



Aux dilutions utilisées dans ce laboratoire, les acides et bases que vous manipulez ne présentent pas de danger s'ils sont utilisés avec précaution.

En cas de contact avec la peau laver abondamment à l'eau.



**Le port des lunettes est rigoureusement obligatoire.** Les hydroxydes et acides sont **corrosifs**. Leur contact avec les yeux est à éviter absolument.

En cas de contact avec les yeux rincer immédiatement à l'eau, en maintenant les paupières écartées.

#### A) Mesure du pH au cours de dilutions\*

##### A1) D'un acide fort :

- Dans un bécher de 50 mL, verser environ 20 mL d'une solution 0,1 [mol/L] de HCl.
- A l'aide d'un pH-mètre, mesurer le pH de cette solution, en se conformant aux explications de votre enseignant(e).

- Transvaser cette solution dans un bécher de 250 mL et déterminer quel volume d'eau il faut ajouter pour diluer\* 10 fois la solution initiale. Procéder à cette dilution et à la mesure du pH après cette **1<sup>ère</sup> dilution**.
- Proposer une méthode permettant de diluer\* 5 fois la solution obtenue précédemment, puis procéder à cette dilution et à la mesure du pH après cette **2<sup>ème</sup> dilution**.
- Compléter le tableau ci-dessous et calculer les pH.

\* : Les graduations sur les béchers n'indiquant que des volumes approximatifs, toutes les concentrations après dilution sont également approximatives !

HCl	Solution initiale	1 <sup>ère</sup> dilution	2 <sup>ème</sup> dilution
Concentration*	0,1		
pH mesuré			
pH calculé			

- Comparer les valeurs théoriques et pratiques.

## A2) D'une base forte :

Reprendre chacun des points effectués pour la dilution de l'acide fort, en partant d'une solution de NaOH 0,1 [mol/L]

NaOH	Solution initiale	1 <sup>ère</sup> dilution	2 <sup>ème</sup> dilution
Concentration*	0,1		
pH mesuré			
pH calculé			

## B) Mesures de pH de solutions usuelles.

- Mesurer le pH des solutions suivantes et compléter le tableau :

	pH mesuré	[ H <sup>+</sup> ]
Coca-cola		
Vinaigre		
Jus de fruit : .....		
Lessive		
Lait		
.....		
.....		

Commenter ces résultats.

**C) Neutralisation d'un acide fort**

- En accord avec l'enseignant(e), choisir une parmi ces solutions à neutraliser :

20 mL HCl 0,05 [mol/L]

25 mL HCl 0,05 [mol/L]

30 mL HCl 0,05 [mol/L]

40 mL HCl 0,02 [mol/L]

40 mL HCl 0,02 [mol/L]

50 mL HCl 0,02 [mol/L]

La solution choisie sera neutralisée par NaOH 0,1 [mol/L]

- Prélever à l'aide d'une pipette jaugée le volume correct de la solution acide choisie. Introduire ce volume dans un bécher de 100 ou de 50 mL selon la quantité de solution prélevée.
- Avant de procéder à la neutralisation, calculer le volume de NaOH qu'il faudrait théoriquement ajouter pour neutraliser l'acide (point équivalent).
- Utiliser, en se conformant aux explications de votre enseignant(e), un pH-mètre de laboratoire ou une électrode relié à un ordinateur, pour mesurer le pH de la solution au cours de la neutralisation

Attention ! Autour du point équivalent, les variations de pH sont rapides.

Mesurer également quelques points **après** la neutralisation !!

- Consigner vos mesures dans un tableau du type :

Volume de NaOH ajouté [mL]	pH mesuré	Particule en excès	$[H^+]$ avec formule utilisée	pH calculé

- Tracer, sur papier millimétrique, une courbe de la variation du pH mesuré en fonction du volume de base ajoutée.
- Compléter le tableau ci-dessus en recherchant suffisamment de valeurs de pH théoriques (une dizaine) pour superposer une courbe théorique au tracé pratique.
- Commenter les différences entre ces courbes.