

# Rapports de TP

*Dr Julien Andres*

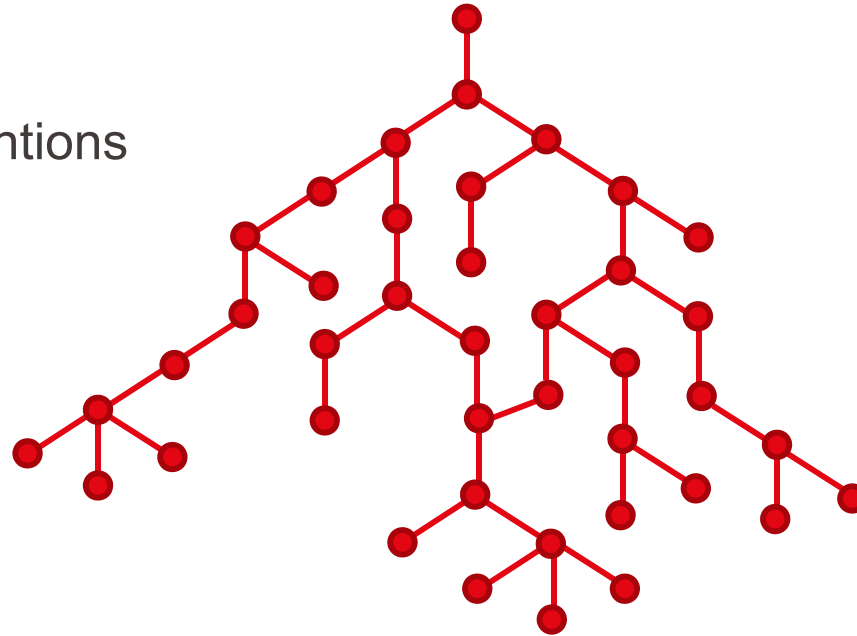


Lara Myter

Automne 2023

Il n'y a pas de recette simple pour écrire un bon rapport.

- Structure
- Règles et conventions
- Concepts
- **Compétences**



Suite d'actions visant à *comprendre* le réel, soit à décrire qualitativement ou mathématiquement un phénomène de sorte à prévoir ses effets lors de sa répétition.

Pour répondre à une question issue de l'observation du réel, des hypothèses sont testées puis infirmées ou confirmées. De là naît alors une théorie ou un modèle.

L'expérimentation est l'un des moyens de tester une hypothèse, au même titre que l'observation ou la documentation.

<b>O</b>	Observation
<b>H</b>	Hypothèse
<b>E</b>	Expérimentation
<b>R</b>	Résultat
<b>I</b>	Interprétation
<b>C</b>	Conclusion

<b>Di</b>	Données initiales
<b>P</b>	Problème
<b>H</b>	Hypothèses
<b>Te</b>	Test
<b>R</b>	Résultats
<b>I</b>	Interprétation
<b>C</b>	Conclusion

Fait / donnée	Observation à propos du monde qui nous entoure.
Hypothèse	Explication de phénomènes proposée comme point de départ pour des études plus poussées.
Théorie	Explication bien étayée acquise au travers de la <u>méthode scientifique</u> , testée et confirmée à de multiples reprises par l'observation et l'expérimentation.
Loi	Enoncé basé sur des observations expérimentales répétées qui décrit certains phénomènes naturels.

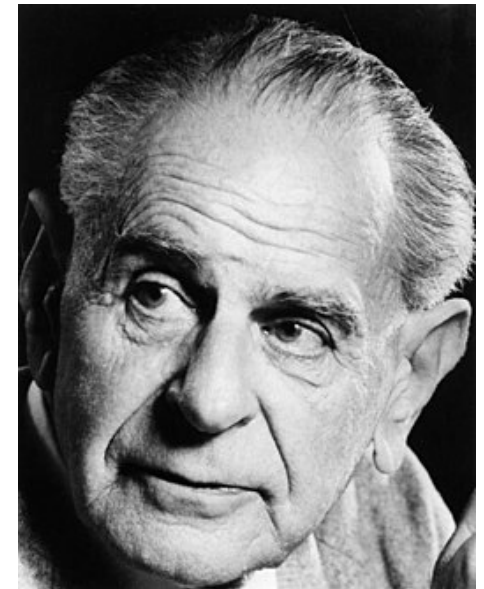
## Théories scientifiques – Testabilité et réfutabilité

Une théorie n'est scientifique que si elle peut être **testée** empiriquement et que si elle peut être **réfutée**.

Une théorie doit donc pouvoir être démontrée comme fausse par une expérience.

Une théorie irréfutable ou non-testable n'est pas une théorie scientifique.

Il faut accepter une fausse théorie comme telle et être ouvert aux alternatives valables qui corroborent les nouvelles observations.



Karl Popper (1902-1994)

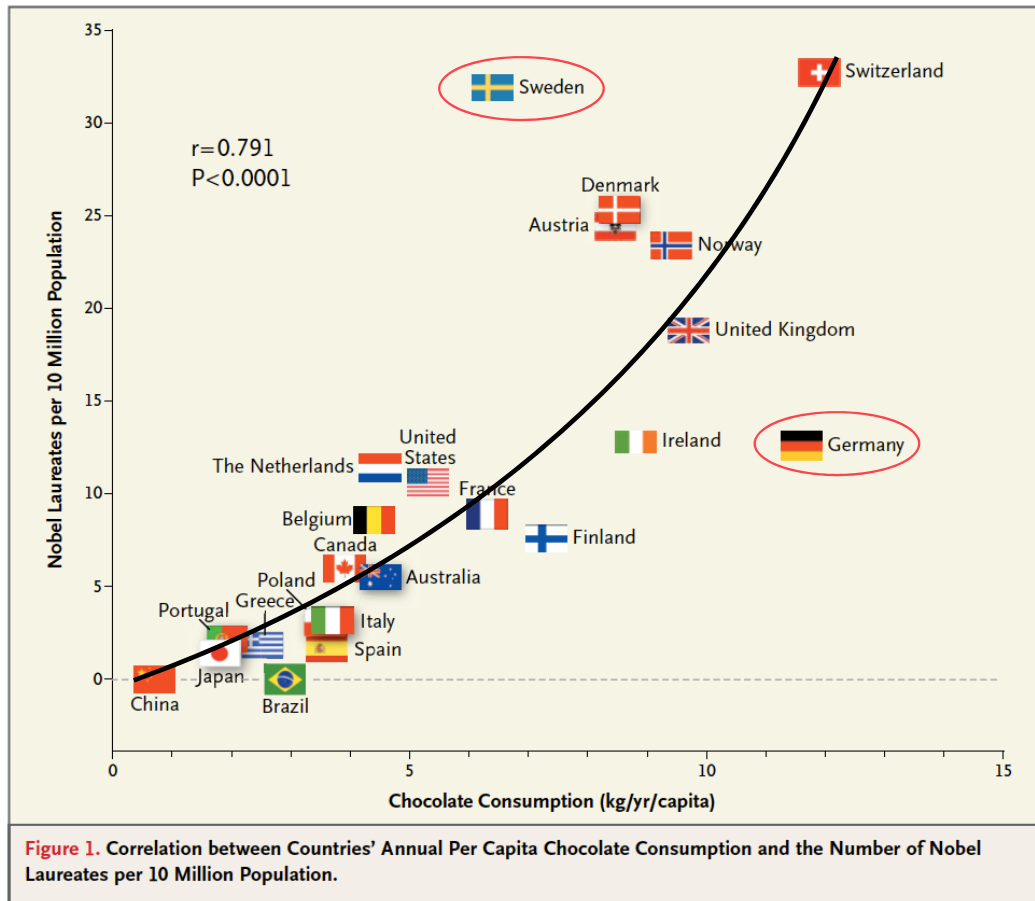
*La Logique de la découverte  
scientifique*

# **EPFL** Démarche scientifique – Notions clés

6

- Une hypothèse est considérée comme valide aussi longtemps qu'aucune observation ou expérience ne vient montrer qu'elle est fausse.
- La démarche scientifique consiste à tester les hypothèses pour démontrer si elles sont fausses ou non et à conserver uniquement celles qui sont cohérentes avec toutes les observations et les expériences.
- La fausseté d'une hypothèse est certaine, alors que sa validité scientifique est temporaire et soumise à l'évolution des connaissances.
- Les hypothèses vérifiées permettent l'établissement d'une théorie ou d'un modèle pouvant servir à faire des prédictions.

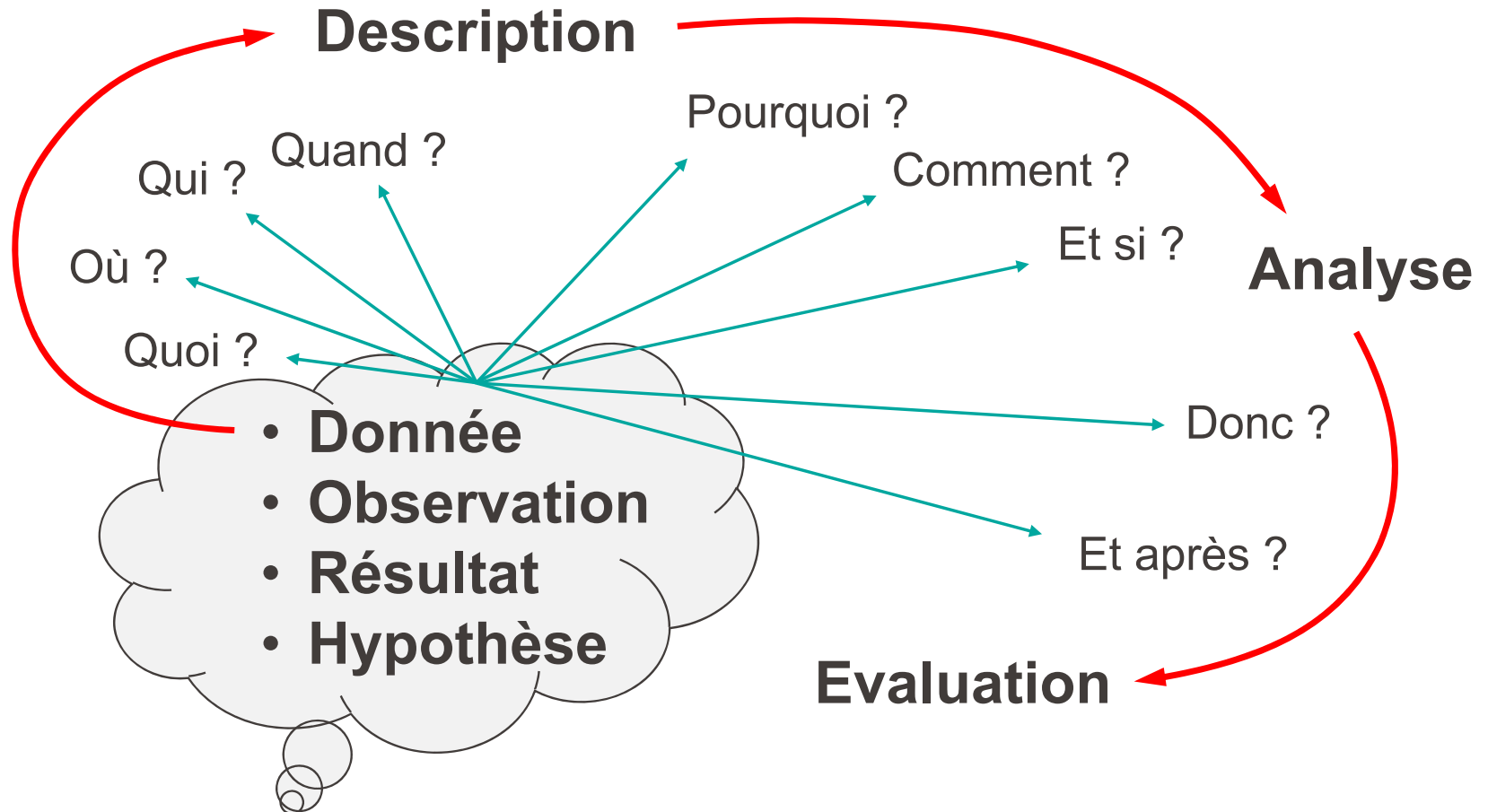
# Démarche scientifique – Corrélation et lien de cause à effet



Lien entre consommation de margarine et divorces, production de caoutchouc et taux de natalité, vaccination ROR et autisme ...

**Corrélation ≠ causalité**

Attention aux corrélations fallacieuses (spurious correlations) !







## Cahier de laboratoire

# EPFL Cahier de laboratoire

- Base pour écrire le rapport
- A tenir durant chaque TP

Base des documents  
scientifiques

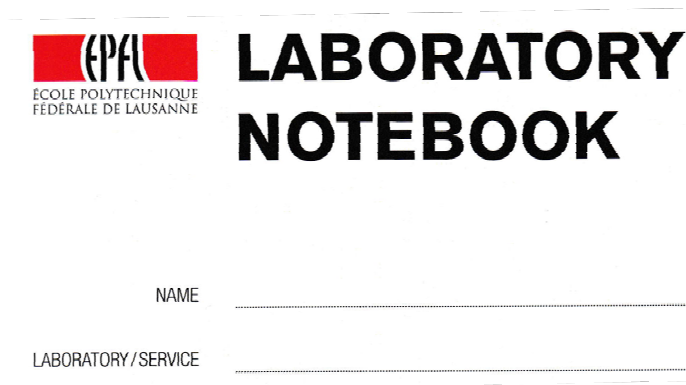
Observations,  
hypothèses, tests

Mémoire du labo

Obligation légale

# EPFL La trame du cahier de laboratoire

La page de garde et les informations générales

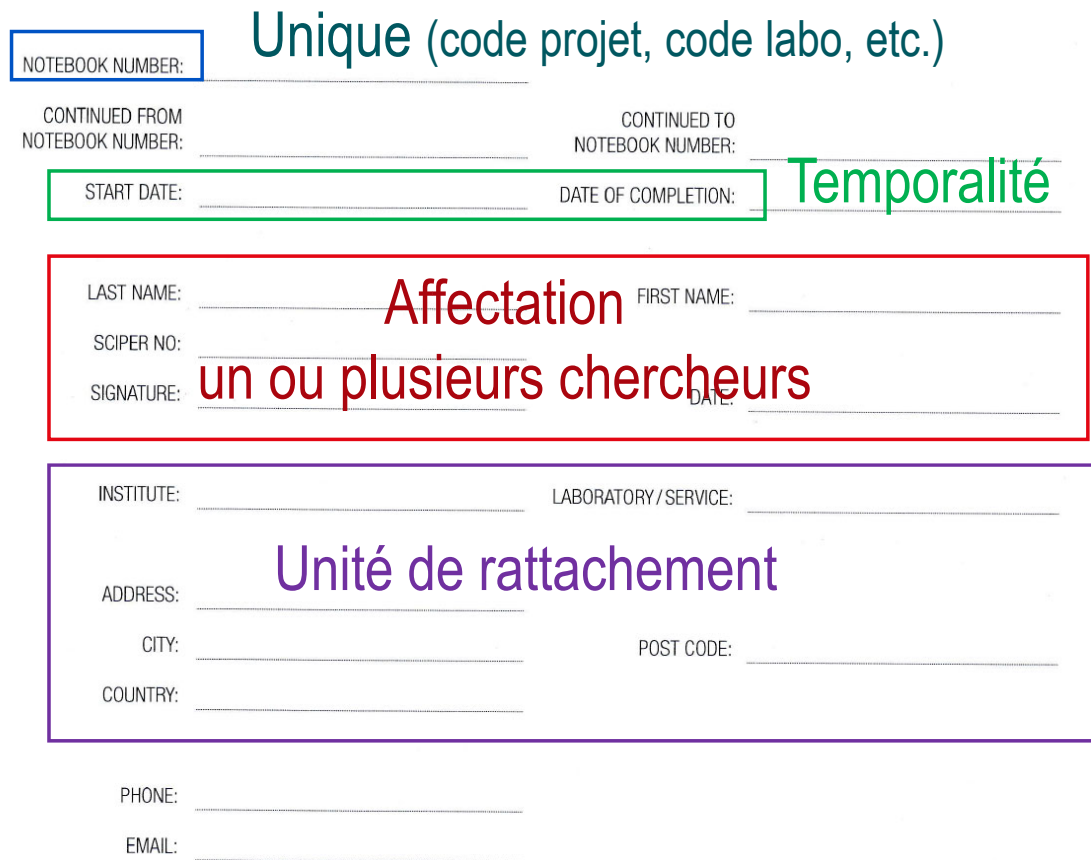


The image shows the front cover of the EPFL Laboratory Notebook. It features the EPFL logo (a red square with 'EPFL' in white) and the text 'ÉCOLE POLYTECHNIQUE FÉDÉRALE DE LAUSANNE' in small black letters. Below this, the words 'LABORATORY NOTEBOOK' are printed in large, bold, black capital letters. At the bottom, there are two horizontal lines for 'NAME' and 'LABORATORY / SERVICE'.

⇒ On doit savoir à qui est le cahier, et de quel cahier il s'agit !



## User Information Page



The image shows the 'User Information Page' form. It is divided into several sections with colored borders and labels:

- NOTEBOOK NUMBER:** A blue-bordered box with a line for text. To its right, the text 'Unique (code projet, code labo, etc.)' is written in teal.
- CONTINUED FROM NOTEBOOK NUMBER:** A line for text.
- CONTINUED TO NOTEBOOK NUMBER:** A line for text.
- START DATE:** A green-bordered box with a line for text.
- DATE OF COMPLETION:** A green-bordered box with a line for text. To its right, the text 'Temporalité' is written in green.
- LAST NAME:** A line for text.
- FIRST NAME:** A line for text.
- SCIPER NO:** A line for text.
- SIGNATURE:** A line for text.
- DATE:** A line for text.
- INSTITUTE:** A line for text.
- LABORATORY / SERVICE:** A line for text.
- ADDRESS:** A line for text.
- CITY:** A line for text.
- POST CODE:** A line for text.
- COUNTRY:** A line for text.
- PHONE:** A line for text.
- EMAIL:** A line for text.

Red text annotations on the form:

- 'Affectation' is written in red over the 'LAST NAME' and 'FIRST NAME' fields.
- 'un ou plusieurs chercheurs' is written in red over the 'SIGNATURE' field.
- 'Unité de rattachement' is written in purple over the 'INSTITUTE' and 'LABORATORY / SERVICE' fields.

# EPFL La trame du cahier de laboratoire

Les pages de données  
(au labo de recherche)

Permet de remonter à la  
source de financement

⇒ Chaque expérience est unique,  
datée et détaillée !

The diagram illustrates the structure of the EPFL laboratory notebook template. It features a grid of data pages at the top, with a dashed line indicating a transition to a section for authentication and validation. The authentication section includes fields for the author's date and signature, while the validation section includes fields for the witness's date and signature. The template also includes a header with the EPFL logo, a title field, a project field, and a page number.

EPFL  
ÉCOLE POLYTECHNIQUE  
FÉDÉRALE DE LAUSANNE

TITLE: Codification PROJECT: 1

Continued from page:

Continued to page:

Authentication de l'auteur

Validation par un témoin

DATE SIGNATURE DATE DISCLOSED TO AND UNDERSTOOD BY

Exemple  
labo de recherche

110 TITLE: **2A6013-2** PROJECT: **one pot 3part trimethylphenyl (see stage 3 jars)** EPFL

Continued from page: **Reaction**

SiCl4  $\xrightarrow[\text{50°C 3 days}]{\text{Imidazole Toluene}}$  Cl-Si(OMe)2  $\xrightarrow[\text{18hrs RT}]{\text{Imidazole Water / Et2O}}$  HO-Si(OMe)2

**Engagement table.**

Products	M (g/mol)	n (mmol)	m (g)	eq	V (ml)	other
<chem>SiCl4</chem>	169.89	6.036	1.036	1	0.7	
trimethylphenyl	136.19	18.108	2.49	3		
Imidazole	68.08	19.91	1.37	3.3		
Toluene					12	
Imidazole	68.08	6.3437	0.432	1.15		
Water					13.8	
Ether					29.3	

**Steps**

1st step under anhydrous conditions and nitrogen

Put the glassware out to oven

**Observations**

19.07.22

DATE SIGNATURE DATE DISCLOSED TO AND UNDERSTOOD BY

EPFL TITLE: **2A6013-2** PROJECT: 111

Continued from page: **110**

Put nitrogen in the system.  
Vacuum/nitrogen 3x

Add Imidazole in Toluene.  
Then add dropwise SiCl4. And finally add the trimethylphenyl

Stir at 50°C for 3 days.

Stop heating, reduce the temperature to RT, then hydrolyze the product.

Add imidazole, water and ether.

Stir the reaction 18hrs at RT

Stop stirring and make the extraction. Separate the organic and aqueous layers.

Wash organic layer with 2x 1ml of ice water

Dry and Evaporate with the rotavap.

Analysis by NMR 1H in CDCl3  
Recrystallization in ether.

19.07.22

DATE SIGNATURE DATE DISCLOSED TO AND UNDERSTOOD BY

**14h47 - 15h21**  
 m Imidazole: 1.3721 g  
 V SiCl4 0.7 ml V Toluene 12 ml  
 m Trimethylphenyl: 2.4911 g  
**15h37 - 9h40 (21.07.22)**  
**21.07.22**  
**9h40 - 10h01**  
 $\Rightarrow \Rightarrow$  RT  
**10h01 - 10h03**  
 m Imidazole: 0.4731 g  
**10h03 - 9h57 (22.07.22)**  
**22.07.22**  
 m 2A6013-2: 2.5036 g (52%)  
 white-yellow thick dough  
 The spectrum is very good !!  
 move to little purification  
**14h03 - 14h23**  
 3ml  
 Heat at 40  $\rightarrow$  put in the freeze  
 Continued to page: 118

# EPFL La trame du cahier de laboratoire

Les pages de données  
(aux TP)

Titre du TP

Date du TP

Analyse de l'Aspirine-C 13.11.2019

- Peser comprimé : 3,1915 g  $d = 0,1 \text{ mg} / 1 \text{ mg}$   
- dissolution dans 100 ml eau déionisée  
     $\Rightarrow$  Erlenmeyer 300 ml  
 $\Rightarrow$  réaction transparente avec des bulles.

① - Transvaser ballon jaugé 250,0 ml  $\pm 0,15 \text{ ml}$  (A)  
    (échantillon d'Aspirine-C)

② Préparation NaOH 30% dans 100 ml [0,1 M]  
    1 ml  $\Rightarrow$  Pipette graduée (5 mL  $\pm 1/10$ )  
    dans ballon jaugé (100 ml  $\pm 0,12 \text{ ml}$ )

③ Préparation NaOH à 0,01 M  
    jaugée (E<sub>s</sub>)  
    • pipette jaugée 25 ml  $\pm 0,03 \text{ ml}$   
    • ballon jaugé 250 ml  $\pm 0,15 \text{ ml}$  (A)

④ Préparation H<sub>2</sub>CCl<sub>6</sub> 1+4 CCl<sub>4</sub> à 2 L mmol/L  
    - Peser : 0,4904 g  $d = 0,1 \text{ mg} / 1 \text{ mg}$   
    - dans ballon jaugé 100 ml  $\pm 0,12 \text{ ml}$  (A)  
     $c = \frac{2,462 \cdot 10^{-5} \text{ mol/L}}{0,02402 \text{ mol/L}}$

2.3 Prélever 10 ml Hydro. de potassium ~~pipette~~  
    Dans un erlenmeyer 300 ml pipette jaugée  
    10 ml  $\pm 0,02 \text{ ml}$   
    Ajouter 100 ml eau déionisée  $\rightarrow$  avec ballon jaugé 100 ml  $\pm 0,10 \text{ ml}$  (A)  
    mesuré  
    • Ajout 4 gouttes phénolphthaleïne

Calcul concentration KHP

Lu, et validation  
par un votre assistant

**Ecrire au stylo non-effaçable**  
**Ne pas arracher de page**

✓ conservation des données

**Ne pas effacer des données**

✓ les erreurs sont indiquées en rayant à la règle  
✓ éviter les soupçons de falsification

**Recueil quotidien**

✓ ne pas égarer l'information

**Ne pas antidater**

✓ valeur juridique

**Ecrire lisiblement**

✓ on écrit pour soi mais aussi pour les autres

**Etre complet et précis**

✓ lister toutes les données générées et stockées ailleurs



# EPFL Contre-exemple

$pH < 10.5^\circ$   
 Purification échec.

**TP-ASPC**

**Date**

$m_{Asp} = 3,2 \text{ g}$   
 $V_{solu} = 253 \text{ ml}$   $\rho_{NaOH} = 0,01 \text{ (NaOH)}$

$m_{Hydrogénéomphalate} = 0,4897$

hygrosopiq.

3 à 5 gouttes phénolphaléine

Tit 1: 8,2  $\rightarrow$  28,2 24 ml NaOH 0,01  
 Tit 2: 1,2  $\rightarrow$  25 23,8 ml "  
 Tit 3: 11,0  $\rightarrow$  35 24 ml "

5 gouttes phénolphaléine  
 Tit Asp C et NaOH

Tit 1: 2,6  $\rightarrow$  26,25 23,9 ml "  
 Tit 2: 6,2  $\rightarrow$  29,1 23,2 ml "  
 Tit 3: 10,2  $\rightarrow$  33,4 23,2 ml "

**Compréhension**

1<sup>er</sup> titrage = 15,3 - 35 = 19,7  $\rightarrow$  33,6  
 2<sup>e</sup> titrage = 10,1  $\rightarrow$  36,9 18,9 ml  $\rightarrow$  PE 1  
 3<sup>e</sup> titrage = 0,2  $\rightarrow$  18,6 18,5 ml  $\rightarrow$  PE 2 Raté 1 fois  
 3<sup>e</sup> titrage = 6,6  $\rightarrow$  25,3 18,7 ml  $\rightarrow$  PE 3

**Lisibilité**

3. Titrage ~~manque~~ net

3.1<sup>er</sup> titrage: 14,2  $\rightarrow$  23,9 10,7 ml VE 1  
 3.2<sup>e</sup> titrage: 15,1  $\rightarrow$  23,9 8,9 ml  $\rightarrow$  Raté 2 fois  
 3.3<sup>e</sup> titrage: 11,4 ml  $\rightarrow$  23,9 8,5 ml VE 2  
 3.4<sup>e</sup> titrage: 11,4 ml  $\rightarrow$  23,9 8,5 ml VE 3

Hypothèse: Les différents indicateurs sont agités selon

3.2. Les divers pH, ils captent une intervalle de pH différents.

Titrage 1: 0 ml  $\rightarrow$  20,6 ml 20,6 ml = VE 1  
 Titrage 2: 13,8 ml  $\rightarrow$  34,1 ml 20,3 ml = VE 2  
 Titrage 3: 13,1 ml  $\rightarrow$  35 ml 21,6 ml = VE 3

3  $\rightarrow$  AcBenz + NaOH  $\rightarrow$  NaBenz + H<sub>2</sub>O + NaOH excès  
 NaOH (en excès) + HCl  $\rightarrow$  NaCl + H<sub>2</sub>O  
 $m_{HCl} = m_{NaOH \text{ excès}}$  de molarité  
 $m_{NaBenz} = m_{AcBenz}$  Ici il y a 2 points

Le % massique =  $\frac{m_{Benz \text{ exp}}}{m_{Benz \text{ théor}}} \times 100\%$



# EPFL Exemple

- ✓ Titre
- ✓ Date
- ✓ Lisible
- ✓ Structure claire
- ✓ Description des manip
- ✓ Valeurs mesurées réellement
- ✓ Observations
- ✓ Schémas explicatifs
- ✓ Erreurs corrigées en traçant

⇒ Utilisable par une autre personne

13.11.2019

### Analyse de l'Aspirine-C

- Peser comprimé : 3,1915 g  $d = 0,1 \text{ mg} / 1 \text{ mg}$   
 - dissolution dans 100 ml eau déionisée  $\Rightarrow$  Erlenmeyer 300 ml  
 $\Rightarrow$  réaction transparente avec des bulles.

① Transvaser ballon jaugé 250,0 ml  $\pm 0,15 \text{ ml}$  (A)  
 (échantillon d'Aspirine-C)

② Préparation NaOH 30% dans 100 ml  $[0,1 \text{ M}]$   
 1 ml  $\rightarrow$  Pipette graduée (5 ml  $\pm 1/10$ )  
 dans ballon jaugé (100 ml  $\pm 0,12 \text{ ml}$ )

③ Préparation NaOH à 0,01 M  
 • pipette jaugée 25 ml  $\pm 0,03 \text{ ml}$   
 • ballon jaugé 250 ml  $\pm 0,15 \text{ ml}$  (A)

④ Préparation HCl 0,1 M dans 100 ml  
 - Peser : 0,4804 g  $d = 0,1 \text{ mg} / 1 \text{ mg}$   
 - dans ballon jaugé 100 ml  $\pm 0,12 \text{ ml}$  (A)  
 $C = 2,462 \cdot 10^{-5} \text{ mol/L}$   
 $0,02462 \text{ mol/L}$

2.3 Prélever 10 ml hydro. de potassium ~~pipette~~  
 dans un erlenmeyer 300 ml pipette jaugée  
 10 ml  $\pm 0,02 \text{ ml}$   
 Ajouter 100 ml eau déionisée  $\rightarrow$  avec ballon jaugé 100 ml  $\pm 0,10 \text{ ml}$   
 mesure (A)  
 • Ajout 4 gouttes phénolphthaleïne

Calcul concentration KHP

④ Préparation de l'éluant et des plaques en silice.  
 $\rightarrow$  8 ml cyclohexane + 2 ml acétate d'éthyle  
 avec cylindre gradué 10 ml

⑤ Après 15 minutes  
 $\rightarrow$  Ajout total du mélange équimolaire + rinçage de l'ampoule avec de l'éthanol  $\Rightarrow$  bisopaque, jaune pâle et le mélange devient gentiment cyanureux. ~~est~~

⑥ Prélèvement d'un échantillon dans un ~~épendorf~~ épendorf pour CC  $\text{M}$  avec une goutte d'acétate d'éthyle  $\Rightarrow$  faire CC  $\text{M}$ .

$R_f(a) = 0,60$   
 $R_f(b) = 0,54$   
 $R_f(c) = 0,19$

1. solution  $R_f(d) = 0,58$   
 2. Benzaldéhyde  $R_f(e) = 0,24$   
 3. DBA synthétisé  $R_f(f) = 0,61$

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

$\rightarrow$  solution bis opaque, contient d'autres substance = 3 tâches

⑦ Préparation du 2<sup>e</sup> éluant  $\Rightarrow$  8 ml cyclohexane + 2 ml acétone dans cylindre gradué 10 ml

⑧ Après 40 min, la solution DBA devient bis jaune opaque et beaucoup plus dense.

⑨ Après 45 min, prélever un 2<sup>e</sup> échantillon dans un épendorf pour CC  $\text{M}$  avec une goutte d'acétate d'éthyle

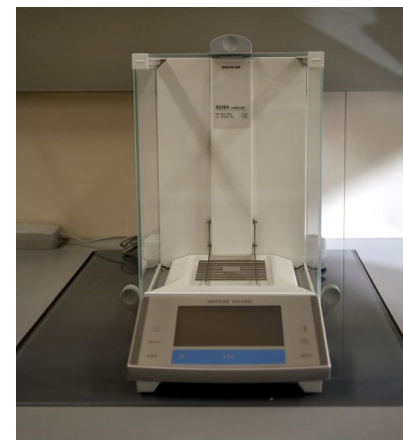
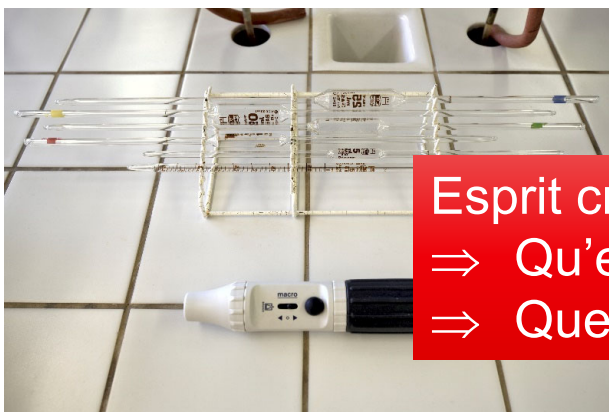
# EPFL Cahier de labo

Types de contenus →

- Préparation de solutions
- Mesures, analyses, etc.
- Synthèse organique
- Expérience physico-chimique
- Etc...

Esprit critique...

- ⇒ Qu'est-ce qu'il faut noter pour comprendre ce qui a été fait ?
- ⇒ Quels sont les détails importants pour refaire l'expérience ?





BOOK Desk People Search Inventory Message

SIBQ-3 / Methylation / **RB\_52**

Status Open  
User Robert Boyle  
Start 2016-09-22 00:00  
End

References Files

Source

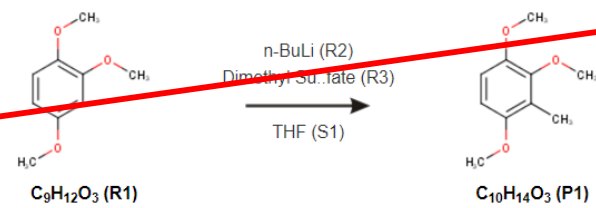
n-BuLi (R2)  
0284895

THF (S1)  
AC837456

Health/Safety

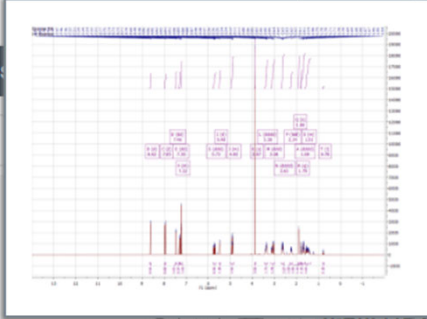
Bibliography

Other


  
 $C_9H_{12}O_3$  (R1)  $\xrightarrow[\text{THF (S1)}]{\text{n-BuLi (R2), Dimethyl Sulfate (R3)}}$   $C_{10}H_{14}O_3$  (P1)

Compound	MW	W g	Moles mmol
$C_9H_{12}O_3$ (R1)	168.190	10.428	62.000
n-BuLi (R2)	64.054	4.805	75.020
Dimethyl Sulfate (R3)	126.133	10.088	79.980
THF (S1)	72.106		
$C_{10}H_{14}O_3$ (P1)	182.216	11.200	61.465

**RB\_51**  
 13C  
 1H  
 HS 1H



Status Open  
 User Robert Boyle  
 Start 2016-09-21 18:37  
 End

References  
 Characterization  
 RB\_51  
 13C  
 1H  
 HS 1H

1,3,5-trimethoxybenzene (R1)  
 n-BuLi (R2)  
 Dimethyl Sulfate (R3)  
 THF (S1)

11.280 g, 61.904 mmol, 99.8%  
 31 °C

Trimethoxybenzene (10.641 g, 62.00 mmol) was added to THF (50.0 mL) and the solution magnetically stirred under N<sub>2</sub> and cooled in dry ice. n-Butyllithium (Vol: 30.008 mL, Moles: 75.02 mmol) was added dropwise so that the temperature did not exceed -5 °C. After the addition the mixture, now containing a thick cream precipitate, was allowed to stir 1h at r.t. Dimethyl sulfate (7.627 mL, 80.60 mmol) was added with cooling (exothermic reaction!) so that the temperature did not exceed 25°C. At the end of the addition nearly all the solid had dissolved.

After standing overnight, aqueous ammonia (5 mL) was added to destroy any excess dimethyl sulfate and after 0.5 h the mixture was evaporated at r.t. to remove the THF. Water (30 mL) was added to the residue and extracted with 1:1 ether/hexane (2x50 mL). The combined organic phases were washed with water (50 mL), dried (MgSO<sub>4</sub>) and evaporated to give a colourless oil which solidified after standing overnight. The solid (11.280 g, 61.904 mmol, 99.8%) could be melted and then resolidified on cooling (fp. 31 °C).

Données centralisées  
organisées  
sauvegardées  
accessibles

# Rapport d'exemple - Chimie TP

L'objectif de cette expérience est de déterminer le nombre d'hydratation et donc la formule exacte d'un sel de lanthanide donné d'hydratation inconnue. Pour ce faire, une solution du sel de lanthanide sera titrée avec de l'EDTA par la méthode complexométrique standard.

## Partie expérimentale

L'échantillon de chlorure d'europtérium(III) solide, la solution d'EDTA 0.0500 M, l'urotropine, le xylène orange (0.1% dans NaCl) et l'acide sulfurique 0.5 M étaient à disposition. Avant utilisation, toute la verrerie a été soigneusement lavée, rincée plusieurs fois à l'eau distillée et séchée à l'air à température ambiante. Les pipettes jaugées et burettes ont été rincées avec une solution à titrer ou à titre avant de les remplir à nouveau. Cette étape permet d'éviter toute contamination et/ou des effets de dilution apparaissant avec de la verrerie rincée à l'eau distillée et encore humide.

Préparation de l'échantillon de sel de lanthanide  
Une solution aqueuse de chlorure d'europtérium (250.0 mL) a été préparée à partir de 1.9637 g de  $\text{EuCl}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ . La solution est transparente.

Titration d'une solution d'échantillon à pH 4.8  
25.00 mL de solution d'échantillon a été ajoutée à une solution sous faible agitation. La solution 0.5 M a été ajoutée. La solution est devenue rose au jaune. La couleur du rose-jaune est due à la formation de complexes par l'EDTA.

Calcul d'erreur

Les erreurs minimales de préparation ont été calculées (1), avec  $s_{\text{rel}} = 1$  (écart-type par unité moyenne,  $s = \text{écart-type} \cdot 1$  erreur totale) (2)

$$s_x = \sqrt{\sum \left( \frac{\partial x}{\partial y_i} \right)^2} \quad (1)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (2)$$

$$s_{\text{tot}} = \sqrt{s_x^2 + s^2} \quad (3)$$

Figure 1. Structure de l'EDTA avec les ions lanthanides. Les ions lanthanides sont représentés par des cercles bleus, les atomes d'azote par des cercles rouges et les atomes d'oxygène par des cercles blancs.

1-4

## Détermination du nombre d'hydratation d'un sel de lanthanide

Julien André

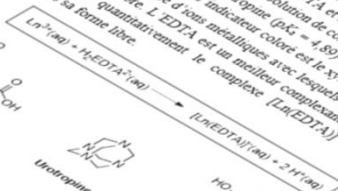
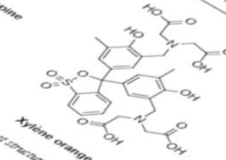
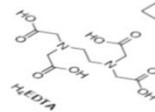
Rapport d'exemple - Chimie TP

Date: 18.06.2021

### Introduction

Les sels de lanthanides(III) sont souvent trouvés sous formes hydratées. Le nombre d'hydratation peut varier en fonction des conditions de stockage du sel, de l'humidité ambiante, de la méthode de préparation ou de séchage du composé. La formule générale d'un sel de lanthanide est  $\text{LaR}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  avec R: un anion halogénure (F, Cl, etc.), perchlorate ( $\text{ClO}_4^-$ ), nitrate ( $\text{NO}_3^-$ ), triflate ( $\text{CF}_3\text{SO}_3^-$ ), etc. ex: le nombre d'hydratation (nombre de molécule d'eau).

Le titrage des ions trivalents  $\text{La}^{3+}$  se fait généralement par complexométrie, en utilisant la formation d'un complexe 1:1 entre l'EDTA et les ions lanthanide en solution aqueuse selon la réaction présentée en Figure 1. Une solution de concentration connue en EDTA est utilisée. La solution est tamponnée par l'urotropine (pKa = 4.89) à pH acide afin d'éviter la précipitation d'hydroxydes de lanthanide. L'indicateur coloré est le xylène orange. Cet indicateur est coloré en rose-jaune en présence d'ions métalliques avec lesquels il peut former un complexe et en jaune sous sa forme libre. L'EDTA est un meilleur complexant que le xylène orange, ce qui permet de former quantitativement le complexe  $[\text{La}(\text{EDTA})]^-$  incolore et de relâcher l'indicateur sous sa forme libre.



## A quoi sert un rapport ?

Communication de connaissances



Création de nouvelles connaissances



Confrontation avec l'opinion publique  
ou ses pairs



Conservation des connaissances





## Industrie

- Collègues
- Managers
- Clients

## Académique

- Chercheurs
- Fonds de recherche
- Université (institut, faculté, direction)

Uetendorf, 7 avril 2020

### Rapport d'essai

Ordre : 094383  
 Prélèvement d'échantillon par client : 30.03.2020, 13:15  
 Réception d'échantillon au laboratoire : 31.03.2020  
 Période de l'essai : 31.03.2020 au 07.04.2020  
 Nom de l'échantillon client : Pompage de la Mouilleau du Sayet robinet

Type d'échantillon : eau potable  
 Température de l'eau : 5.5°C  
 Numéro de l'échantillon : 09438302  
 Kit d'analyse : TW3  
 Copie: Manuel Gurtner

Ergebnisse		Valeur maximale OPBD		
Paramètre	Résultat	Eau potable	Unité	Methode
Germes mésophiles aérobies	56	≤ 300	UFC/ml	AMK-Ibu DIN EN 6222
Escherichia coli	n.d.	n.d.	UFC/ml	Eco-Ibu DINENISO 9308-1
Entérocoques	n.d.	n.d.	UFC/ml	Enc-Ibu DINENISO 7899-2
Valeur pH	7.48			pH-Wasser-Ibu
Conductivité	400.00		uS/cm	Leitfähigkeit-Wasser-Ibu
Turbidité	0.27	≤ 1	FNU	Trübung-Ibu
COD	0.69	≤ 1	mg/l	DOC-Wasser-HL-Ibu
Dureté totale	2.12		mmol/l	Wasserhärte-HL-Ibu
Dureté totale	21.18		°fH	Wasserhärte-HL-Ibu
Hydrogencarbonate	241.63		mg/l	Säurekapazität-HL-Ibu
Alcalinité	3.96		mmol/l	Säurekapazität-HL-Ibu
Ammonium	0.11	≤ 0.1	mg/l	Ammonium-Wasser-HL-Ibu
Calcium	79.7		mg/l	AD-KW-ICP-Ibu
Potassium	0.144		mg/l	AD-KW-ICP-Ibu
Magnésium	1.38		mg/l	AD-KW-ICP-Ibu
Sodium	0.894	≤ 200	mg/l	AD-KW-ICP-Ibu
Fluorure	<0.1	≤ 1.500	mg/l	Fluorid-IC-Ibu
Chlorure	<1.0	≤ 250.00	mg/l	Chlorid-Wasser-HL-Ibu
Nitrite	<0.05	≤ 0.100	mg/l	Nitrit-Wasser-HL-Ibu
Nitrate	3.20	≤ 40.00	mg/l	Nitrat-Wasser-HL-Ibu
Sulfate	<40.00	≤ 250	mg/l	Sulfat-Wasser-HL-Ibu

**Légende**  
 Valeurs maximales selon l'Ordonnance du DFI sur l'eau potable et l'eau des installations et de baignade et de douche accessibles au public du 16 décembre 2016 (OPBD, état au 1<sup>er</sup> mai 2017)  
 n.d. non détectable (valeur de mesure en dessous de la limite de détection)  
 Les valeurs < montrent des résultats qui se situent en dessous de la limite de détermination selon DIN 32 645.

Les résultats se réfèrent à l'échantillon fourni (si le prélèvement a été effectué par le client) ou à l'échantillon prélevé (par Aquatest)

#### Aquatest

Rapport créé par :

Linda Jöhr  
 Collaboratrice

Validation :

Marcel Heger  
 Responsable du laboratoire Aquatest



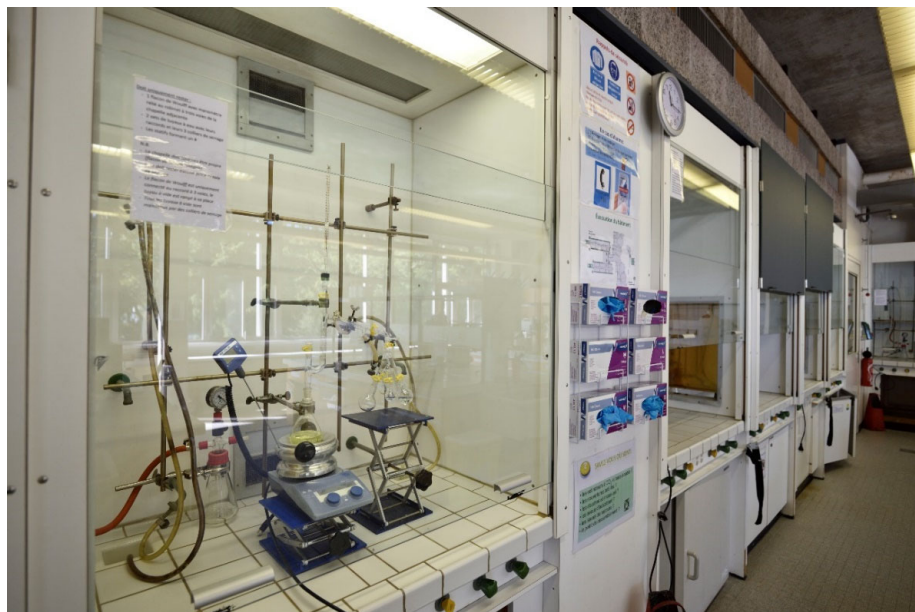
**L'échantillon analysé correspond aux exigences relatives à l'eau potable.**

Pour la règle de décision, voir la liste des tarifs sur [www.aquatest.ch](http://www.aquatest.ch)

Seite 1 von 1

**Aquatest**  
 Utigenstrasse 75, CH-3661 Uetendorf, Tel. +41 33 345 02 05, [info@aqatest.ch](mailto:info@aqatest.ch), [www.aqatest.ch](http://www.aqatest.ch)  
 Rechnungsadresse: Eric Schweizer AG, Postfach 150, CH-3602 Thun

## EPFL Lecteur(s) cible(s) ?



Assistants **chimistes**...

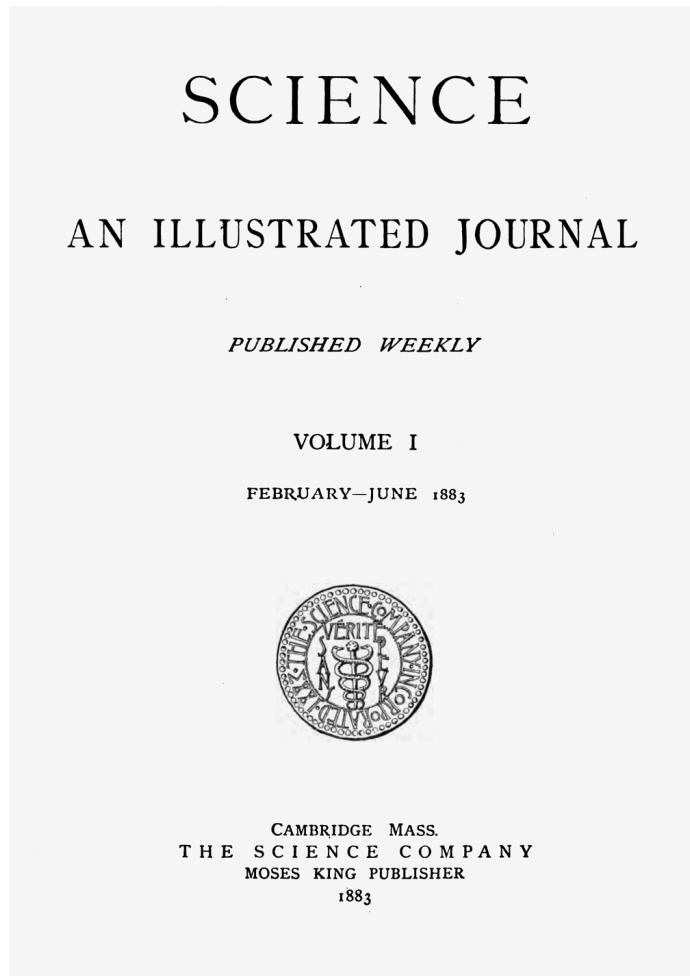
Poser des questions à vos assistants !





Rapports  
académiques

Professionnel



Bon niveau

Compétences  
transversales





## Dalton Transactions

[View all journals](#)

Recent Articles

Published Issues

Themed Collections

☐ Include Accepted Manuscripts

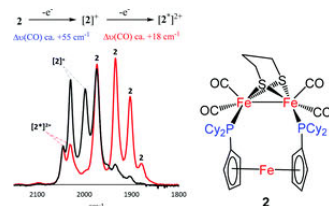
84 items - Showing page 1 of 2

Paper

### Biomimics of [FeFe]-hydrogenases incorporating redox-active ligands: synthesis, redox properties and spectroelectrochemistry of diiron-dithiolate complexes with ferrocenyl-diphosphines as $\text{Fe}_4\text{S}_4$ surrogates

Georgia R. F. Orton, Shishir Ghosh, Lucy Alker, Jagodish C. Sarker, David Pugh, Michael G. Richmond, František Hartl and Graeme Hogarth

Ferrocenyl diphosphine bridged diiron dithiolate complexes have been prepared and their redox properties investigated by CV and IR SEC supported by DFT calculations to give insight into their proton reduction and hydrogen oxidation activity.



### About Dalton Transactions

The international journal for high quality, original research in inorganic and organometallic chemistry

Editorial Board Chair: Russell Morris

Impact factor: 4.390

Time to first decision (with reviews): 21 days

Indexed in MEDLINE

**Submit your article**

Opens in new window

Information and templates for authors

Search the

Find an article

Year

e.g. 2022

Page

e.g. 45

Go

Find issues by year (2003 - Present)

Expertise par un comité de lecture  
(peer-review)



RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
 MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE  
 SERVICE  
 de la PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

**BREVET D'INVENTION**  
 P.V. n° 35.489 N° 1.460.825  
 Classification internationale : B 65 d

Citerne souple perfectionnée.  
 M. ANDRÉ LABARONNE résidant en France (Indre-et-Loire).

Demandé le 19 octobre 1965, à 15<sup>h</sup> 43<sup>m</sup>, à Paris.  
 Délivré par arrêté du 24 octobre 1966.  
 (Bulletin officiel de la Propriété industrielle, n° 49 du 2 décembre 1966.)  
 (Brevet d'invention dont la délivrance a été ajournée en exécution de l'article 11, § 7,  
 de la loi du 5 juillet 1844 modifiée par la loi du 7 avril 1902.)

ORSAI  
 BIBLIOTHÈQUE DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS





Components of Open Science



## Structure du rapport



- Titre
- Auteurs (prénoms et noms)
- Date de soumission

## Détermination du nombre d'hydratation d'un sel de lanthanide

Julien Andres

Date 18.06.2021

### Introduction

Les sels de lanthanide(III) sont souvent trouvés sous formes hydratées. Le nombre d'hydratation peut varier en fonction des conditions de stockage du sel, de l'humidité ambiante, de la méthode de préparation ou de séchage du composé. Un sel de lanthanide doit donc être régulièrement titré afin d'en connaître la formule exacte. La formule générale est de la forme  $\text{LnR}_3 \cdot x \text{H}_2\text{O}$ , avec R<sup>-</sup> un anion halogénure (F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, etc.), perchlorate (ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>), nitrate (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>), triflate (CF<sub>3</sub>SO<sub>3</sub><sup>-</sup>), etc., et x le nombre d'hydratation (nombre de molécule d'eau).

Le titrage des ions trivalents Ln(III) se fait généralement par complexométrie<sup>1</sup> en utilisant la formation d'un complexe 1:1 entre l'EDTA et les ions lanthanide en solution aqueuse selon la réaction présentée en Figure 1.<sup>2</sup> Une solution de concentration connue en EDTA est utilisée. La solution est tamponnée par l'urotropine (pK<sub>a</sub> = 4,89) à pH acide afin d'éviter la précipitation d'hydroxydes de lanthanide. L'indicateur coloré est le xylène orange. Cet indicateur est coloré en rose-violacé en présence d'ions métalliques avec lesquels il peut former un complexe et en jaune sous sa forme libre. L'EDTA est un meilleur complexant que le xylène orange, ce qui permet de former quantitativement le complexe [Ln(EDTA)]<sup>-</sup> incolore et de relâcher l'indicateur sous sa forme libre.

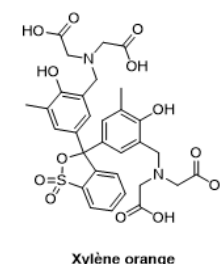
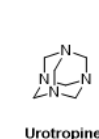
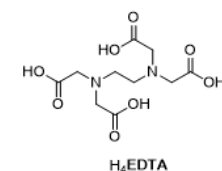
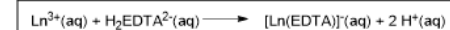


Figure 1. Réaction de l'EDTA avec les ions lanthanide (Ln) en solution aqueuse et structures des composés chimiques utilisés pour le titrage

- Sujet du rapport
- Contexte
- Motivations
- Méthode(s) utilisées
- But de l'expérience

⇒ Qu'est-ce qu'on cherche à obtenir, comment et pourquoi ?

- Intro  $\neq$  théorie
- ⇒ Qu'est-ce qu'il y a besoin d'expliquer pour comprendre ou illustrer la problématique quand on connaît la chimie ?
- Mots clefs ( $\rightarrow$  principes + méthode)
- Notions et équations utiles aux résultats



# Introduction – Contexte et motivations

## Introduction

Partie expérimentale  
Résultats et discussion  
Conclusions  
Références

Les sels de lanthanide(III) sont souvent trouvés sous formes hydratées. Le nombre d'hydratation peut varier en fonction des conditions de stockage du sel, de l'humidité ambiante, de la méthode de préparation ou de séchage du composé. Un sel de lanthanide doit donc être régulièrement titré afin d'en connaître la formule exacte. La formule générale est de la forme  $\text{LnR}_3 \cdot x \text{H}_2\text{O}$ , avec  $\text{R}^-$  un anion halogénure ( $\text{F}^-$ ,  $\text{Cl}^-$ , etc.), perchlorate ( $\text{ClO}_4^-$ ), nitrate ( $\text{NO}_3^-$ ), triflate ( $\text{CF}_3\text{SO}_3^-$ ), etc., et  $x$  le nombre d'hydratation (nombre de molécules d'eau).

- Sujet: sel de lanthanide, titrage
- Contexte: sels hydratés,  $x$  inconnu  $\Rightarrow$  formule inconnue  $\Rightarrow$  nécessité de titrer



# Introduction – Méthode(s) possible(s)

## Introduction

Partie expérimentale

Résultats et discussion

Conclusions

Références

Le titrage des ions trivalents  $\text{Ln(III)}$  se fait généralement par complexométrie<sup>1</sup> en utilisant la formation d'un complexe 1:1 entre l'EDTA et les ions lanthanide en solution aqueuse selon la réaction présentée en Figure 1.<sup>2</sup> Une solution de concentration connue en EDTA est utilisée. La solution est tamponnée par l'urotropine ( $\text{p}K_a = 4,89$ ) à pH acide afin d'éviter la précipitation d'hydroxydes de lanthanide. L'indicateur coloré est le xylène orange. Cet indicateur est coloré en rose-violacé en présence d'ions métalliques avec lesquels il peut former un complexe et en jaune sous sa forme libre. L'EDTA est un meilleur complexant que le xylène orange, ce qui permet de former quantitativement le complexe  $[\text{Ln(EDTA)}]^-$  incolore et de relâcher l'indicateur sous sa forme libre.

- Méthode: Titrage complexométrique  
⇒ complexe  $\text{Ln:EDTA}$  (stœchiométrie 1:1) + indicateur coloré
- Principe de la méthode dans ce contexte: Fonctionnement de l'indicateur coloré pour ce titrage (indicateur coloré forme un complexe moins stable qu'EDTA), conditions importantes (milieu acide, précipitation d'hydroxydes).

Le titrage des ions trivalents Ln(III) se fait généralement par complexométrie<sup>1</sup> en utilisant la formation d'un complexe 1:1 entre l'EDTA et les ions lanthanide en solution aqueuse selon la réaction présentée en Figure 1<sup>2</sup>. Une solution de concentration connue en EDTA est utilisée. La solution est tamponnée par l'urotropine ( $pK_a = 4,89$ ) à pH acide afin d'éviter la précipitation d'hydroxydes de lanthanide.

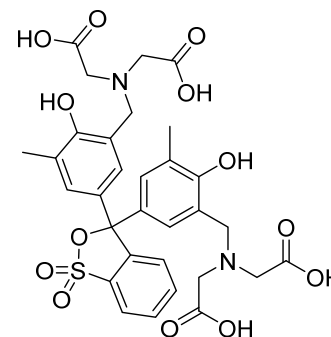
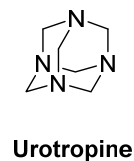
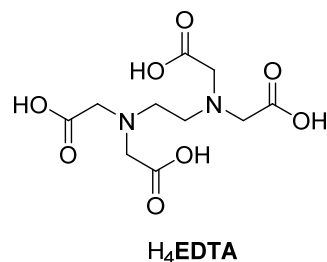
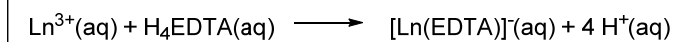
---

## Références

1. Andres, J. Chauvin, A.-S. *Notions théoriques pour TP de Chimie I et II*. EPFL-SB-SCGC, Lausanne, **2019**.
2. Schwarzenbach G., Flaschka H. *Complexometric Titrations*. Methuen, London, **1969**.
3. Roussel, Ch. *Analyse quantitative*. EPFL-SB-SCGC, Lausanne, **2019**.

### **Show don't tell!**

- Les références permettent de justifier ce qu'on dit (crédibilité).
- Elle créditent les auteurs qui ont développés les expériences ou réalisés des études qui entrent dans votre contexte.



Xylène orange



## Numérotation des figures et légende !

**Figure 1.** Réaction de l'EDTA avec les ions lanthanide (Ln) en solution aqueuse et structures des composés chimiques utilisés pour le titrage

Figure: Equation chimique pour justifier la stœchiométrie du titrage, structures chimiques importantes

# Introduction – Objectif et méthode(s) choisie(s) pour l'atteindre

## Introduction

Partie expérimentale

Résultats et discussion

Conclusions

Références

L'objectif de cette expérience est de déterminer le nombre d'hydratation et donc la formule exacte d'un sel de lanthanide donné d'hydratation inconnue. Pour ce faire, une solution du sel de lanthanide sera titrée avec de l'EDTA par la méthode complexométrique standard.

*Quoi et comment ?*

*Pourquoi ? (motivation) → décrit avant...*

- **Présente le contexte général**

- s'appuie sur des références bibliographiques
- contient des mots-clés

- **Présente le contexte spécifique “state-of-the-art”**

- les précédents dans la littérature
- limitations de la connaissance actuelle
- les problématiques et les questions ouvertes: ce qui n'est pas encore connu

- **L'objectif du projet**

- hypothèse et démarche proposée pour répondre à la problématique

- **Justifier la démarche proposée**

- valeur ajoutée à la connaissance actuelle
- plan du projet qui sera décrit

- Matériel utilisé et provenance
  - ⇒ On peut retrouver tous les instruments et les produits chimiques afin de refaire les expériences dans les mêmes conditions.
  
- Méthodes utilisées et observations
  - ⇒ On peut suivre les procédures utilisées et comparer les observations afin de reproduire exactement toutes les expériences.

L'échantillon de chlorure d'euprium(III) solide, la solution d'EDTA 0,0500 M, l'urotropine, le xylène orange (0,1% dans NaCl) et l'acide sulfurique 0,5 M étaient à disposition. Avant utilisation, toute la verrerie a été soigneusement lavée, rincée plusieurs fois à l'eau distillée et séchée à l'air à température ambiante. Les pipettes jaugées et burettes ont été rincées avec chaque solution à prélever ou à titrer avant de les remplir à niveau. Cette étape permet d'éviter une contamination et/ou des effets de dilution apparaissant avec de la verrerie rincée à l'eau distillée et encore humide.

- *Liste des produits chimiques, provenance, concentrations des solutions données*
- *Remarques importantes sur: verrerie, solutions, conditions (température, pression, etc.), étapes générales préparation du matériel, et/ou matériel spécial utilisé*

→ ***Préparation de l'échantillon de sel de lanthanide***

Une solution aqueuse de chlorure d'euporium (250,0 mL) a été préparée à partir de 1,9837 g de  $\text{EuCl}_3 \cdot x \text{H}_2\text{O}$ . La solution est transparente.

→ ***Titrage d'une solution de sel de lanthanide par EDTA***

25,00 mL de solution d'échantillon a été dissoute avec ~25 mL d'eau distillée dans un erlenmeyer de 250 mL. Une pointe de spatule de xylène orange (0,1% dans NaCl) a été ajoutée à cette solution sous faible agitation...

**Sub-divisions**

- Séparation
- Généralisation



→ ***Préparation de l'échantillon de sel de lanthanide***

Une solution aqueuse de chlorure d'euprium (250,0 mL) a été préparée à partir de 1,9837 g de  $\text{EuCl}_3 \cdot x \text{H}_2\text{O}$ . La solution est transparente.

→ ***Titrage d'une solution de sel de lanthanide par EDTA***

**Précision**

25,00 mL de solution d'échantillon a été dissoute avec ~25 mL d'eau distillée dans un erlenmeyer de 250 mL. Une pointe de spatule de xylène orange (0,1% dans NaCl) a été ajoutée à cette solution sous faible agitation. La solution est alors devenue rose. Une goutte d'acide sulfurique 0,5 M a été ajoutée, ce qui a fait virer la solution au jaune. Une spatule d'urotropine a alors été additionnée. La solution est redevenue rose. Une fois toute l'urotropine dissoute, la solution a été titrée par une solution standard d'EDTA 0,0500 M jusqu'à virage de l'indicateur coloré du rose au jaune. La couleur jaune indique le point d'équivalence où tous les ions lanthanides ont été complexés par l'EDTA (c'est-à-dire qu'il n'y a plus de  $\text{Ln}^{3+}_{(\text{aq})}$  libre en solution).

- *Passé, **passif**, quantités **exactes** mesurées, **observations***
- *Préparation des solutions et méthodes utilisées*

# **EPFL** Partie expérimentale : Matériel et méthodes

- **Description précise des processus expérimentaux**

- reproductibles par un spécialiste du domaine
- validation des résultats

- **Structure**

- caractéristiques générales
- protocoles d'expérience
- caractérisation des échantillons
- traitement statistique des données

- **Equipement, réactifs**

- modèle, fournisseur, paramètres de mesure, pureté
- Calibration

- **Protocoles**

- cheminement pas-à-pas
- quantités, durée, température

- **Caractérisation**

- structure, pureté (molécules)
- spectres, chromatogrammes, etc. (en annexe)

- Résultats  $\neq$  tableaux de valeurs
- **Résultats = description**

⇒ Texte

⇒ Introduction des expériences (d'où viennent les résultats ?)

⇒ Explication des tables, figures, formules et calculs

⇒ Description des résultats (intermédiaires et finaux)

# Explications : Qu'est-ce qui a été fait ?

Le titrage de la solution d'échantillon du chlorure d'euporium(III) par EDTA a été réalisée trois fois comme décrit dans la partie expérimentale. Les volumes de solution d'EDTA mesurés ( $V_{\text{EDTA}}$ ) sont présentés dans la Table 1. La concentration en ion  $\text{Eu}^{3+}$  ( $c_{\text{Eu}}$ ) a été calculée à partir de (4) (formation d'un complexe 1:1 Ln/EDTA,  $c_{\text{EDTA}} = 0,0500 \text{ M}$ ,  $V_{\text{éch}} = 25,00 \text{ mL}$ ) et des volumes  $V_{\text{EDTA}}$  pour les trois titrages, puis moyennée sur les trois titrages.

Renvois

Un blanc a été réalisé en utilisant 25,00 mL d'eau désionisée au lieu de l'échantillon de sel d'euporium(III). L'indicateur coloré était jaune tout de suite au lieu de rose, ce qui indique bien l'absence d'ions coordonnant dans le solvant utilisé pour réaliser l'échantillon (ce qui aurait faussé le titrage).

- *Ne pas commencer par une figure, mais du texte*
- *Références à la partie expérimentale et comment elle a été utilisée*
- **Justification** (pourquoi cette expérience a été faite?) quand nécessaire ( $\Rightarrow$  quand ça apporte quelque chose à la discussion, justification  $\equiv$  discussion)

$$c_{Eu} = \frac{V_{EDTA} \cdot c_{EDTA}}{V_{éch}} \quad (4)$$

- Formules utilisées et numérotées
- Notations corrects (symboles mathématiques, fractions, etc.)
- **Symboles des grandeurs expliqués dans le texte**

- Tables numérotées

**Table 1.** Volume d'EDTA 0,0500 M mesuré par titrage de 25,00 mL de l'échantillon de  $EuCl_3$  et concentrations de  $Eu(III)$  correspondantes ( $\bar{x}$  = moyenne,  $s$  = écart-type).

	Titration 1	Titration 2	Titration 3	$\bar{x} \pm s$
$V_{EDTA}$ [mL]	12,10	11,90	12,00	/
$c_{Eu}$ [M]	0,0242	0,0238	0,0240	0,0240
	$\pm 0,0002$	$\pm 0,0002$	$\pm 0,0002$	$\pm 0,0002$

- Légendes complétant les entrées de la table

- Unités

- **Complet et facilement compréhensible**

$$c_{Eu} = \frac{V_{EDTA} \cdot c_{EDTA}}{V_{éch}} \quad (4)$$

Résultat analytique  $\Rightarrow$  incertitudes !!!

**Table 1.** Volume d'EDTA 0,0500 M mesuré par titrage de 25,00 mL de l'échantillon de  $\text{EuCl}_3$  et concentrations de  $\text{Eu(III)}$  correspondantes ( $\bar{x}$  = moyenne,  $s$  = écart-type).

	Titrage 1	Titrage 2	Titrage 3	$\bar{x} \pm s$
$V_{EDTA}$ [mL]	12,10	11,90	12,00	/
$c_{Eu}$ [M]	0,0242	0,0238	0,0240	0,0240
	$\pm 0,0002$	$\pm 0,0002$	$\pm 0,0002$	$\pm 0,0002$

$$\frac{s_x}{\bar{x}} = \sqrt{\sum_i \left( \frac{s_{x_i}}{\bar{x}} \right)^2}$$

$\pm s_x$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}}$$

$\pm s$

Voir Cours «Analyse quantitative» et Vidéo «Traitement des données»...

Ici,  $s_x \approx s$ ,  $\Rightarrow$  précision bonne !  
 (à discuter plus bas...)

L'écart-type sur les trois titrages est similaire à l'erreur de préparation calculée avec (1) en prenant deux fois l'erreur sur le volume de la burette ( $2 \times \pm 0,05 \text{ mL}$ ), l'erreur sur le volume d'échantillon prélevé de  $25,00 \text{ mL}$  ( $\pm 0,02 \text{ mL}$ ), et l'erreur sur la concentration de la solution titrée d'EDTA  $0,0500 \text{ M}$  ( $\pm 0,0001 \text{ M}$ ). L'erreur de préparation n'étant pas négligeable, l'erreur globale sur la concentration en Eu(III) peut donc être calculée selon (3) à partir de l'écart-type et de l'erreur de préparation, soit  $\pm 0,0003 \text{ M}$ .

Le titre en Eu(III) de la solution d'échantillon est donc de  
 $c_{\text{Eu(III)}} = 0,0240 \pm 0,0003 \text{ M}$ .

**Les résultats doivent être écrits dans le texte**

$$s_{\text{tot}} = \sqrt{s_x^2 + s^2} \quad (3)$$



**$\pm$  erreur, arrondis (des valeurs et des erreurs), unité**

A partir de cette concentration en Eu(III) et de la masse de sel pesée (1,9837 g de  $\text{EuCl}_3 \cdot x \text{H}_2\text{O}$ ), le nombre d'hydratation peut être calculé par les équations (5), (6) et (7).

$$c_{\text{Eu}} \cdot V_{\text{sol}} = n_{\text{Eu}} = \frac{m_{\text{sel}}}{M_{\text{sel}}} \quad (5)$$

$$M_{\text{sel}} = M_{\text{EuCl}_3} + x \cdot M_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{m_{\text{sel}}}{n_{\text{Eu}}} \quad (6)$$

$$x = \frac{\frac{m_{\text{sel}}}{c_{\text{Eu}} \cdot V_{\text{sol}}} - M_{\text{EuCl}_3}}{M_{\text{H}_2\text{O}}} \quad (7)$$



**Résultat final vs intermédiaire...**

On trouve un nombre d'hydratation  $x = 4,01 \pm 0,05$ . La formule exacte du sel selon le titrage réalisé est donc  $\text{EuCl}_3 \cdot 4,01(5) \text{H}_2\text{O}$ .

L'erreur prise en compte est de  $\pm 0,0001$  g sur  $m_{\text{sel}}$ ,  $\pm 0,0003$  M sur  $c_{\text{Eu}}$ ,  $\pm 0,2$  mL sur les 250,0 mL de  $V_{\text{sol}}$ ,  $\pm 0,01$  g/mol sur les 258,32 g/mol de  $M_{\text{EuCl}_3}$ , et 0,00001 g/mol sur les 18,01528 g/mol de  $M_{\text{H}_2\text{O}}$  et a été calculée à partir de (1).



## ■ Discussion = analyse et évaluation des résultats

⇒ Comparaison avec ce qui est attendu

- Mesures vs calculs vs littérature
- Théorie vs pratique
- Sources d'incertitudes / erreurs

⇒ Critique objective et constructive

- Résultats (quantité, qualité, fiabilité, précision, justesse, reproductibilité)
- Observations (confirmant ou infirmant)
- Méthode (limitations, forces et faiblesses)
- Hypothèses (explication et test des résultats ?)

- Discussion → Persuasion (argumentation)
- Discussion → Perspectives expérimentales ou théoriques
- Discussion → Création de nouvelles connaissances

Le titrage complexométrique donne des volumes reproductibles à moins de 2%. La concentration moyenne sur les trois titrages possède un écart-type faible en dessous de 1% et comparable à l'imprécision minimale calculée à partir des différentes erreurs, notamment sur la verrerie jaugée. Cette méthode de titrage peut donc être caractérisée de précise. L'exactitude de la valeur n'est toutefois pas garantie. Il faudrait pour ce faire valider la méthode en utilisant des échantillons étalons de concentrations en lanthanide connues exactement, ou alors mesurer la concentration de notre échantillon par une autre méthode.

Le nombre d'hydratation du sel d'euprium dépend de la précision et de l'exactitude du titre en ions Eu(III). La bonne précision du titrage permet de donner une bonne précision sur le nombre d'hydratation. L'exactitude de cette valeur ne peut en revanche pas être certifiée sans passer par une méthode alternative ou le titrage de standards. Une erreur systématique ne peut être exclue à partir des simples données récoltées lors de cette expérience.

*Ici, titrage (résultat analytique)*

*⇒ discussion sur validité résultats et méthodes (précision et exactitude)*

# Discussion : Où en est-on et où aller à partir de là ?

Le problème d'un sel de lanthanide standard avec un nombre d'hydratation connu est justement la difficulté à obtenir des sels de lanthanide d'hydratation fixe. Les sels anhydres stockés dans de bonnes conditions ou conservés dans des ampoules scellées pourraient être de tels candidats. Une étude plus poussée sur la stabilité des sels anhydres et leur hygroscopicité devrait toutefois être réalisée afin de garantir la validité de leur formule exacte dans le temps ou en fonction de différentes méthodes de stockage, de séchage ou de préparation.

- *Discussion par rapport à une information donnée en intro (référence à la problématique) ou à une observation*
- *Qu'est-ce qui peut être entrepris pour renforcer le résultats obtenu et quels sont les problèmes qui pourraient être rencontrés ?*
- *Expériences supplémentaires pour valider ou invalider un résultat ou une affirmation / hypothèse ?*

- **Trier les résultats**

- rapport  $\neq$  cahier de laboratoire
- ceux qui apportent quelque chose

- **Décrire et démontrer les résultats**

- données qui soutiennent le résultats
- privilégier: schémas, figures, images, tableaux

- **Interpréter les résultats**

- évaluation de leur validité
- réponse à l'hypothèse?
- implications pour le domaine

- **un résultat = un paragraphe**

- phrases simples
- informations reliées par des transitions

- **qualification des résultats**

- valeurs pertinentes
- statistiques
- écarts-type

- Conclusions = Résumé global
- ⇒ Résultats principaux (avec valeurs)
- ⇒ Discussion principale



- Conclusions = Critique du résultat
  - ⇒ Validité des résultats principaux
  - ⇒ Objectif atteint ?
  - ⇒ Approfondissements, perspectives

- **Conclusions = Mise à jour par rapport à intro**
  - ⇒ Qu'est-ce qu'on a appris de nouveau ?
  - ⇒ Qu'est-ce qui pourrait être intéressant d'étudier dans ce contexte pour compléter?
  - ⇒ Création de nouvelles connaissances

Un échantillon de chlorure d'euprium de nombre d'hydratation inconnu a pu être titré par une méthode complexométrique standard utilisant l'EDTA comme complexant. Le titre de la solution d'échantillon préparé a permis d'en déduire que la formule probable du sel est  $\text{EuCl}_3 \cdot 4,01(5) \text{H}_2\text{O}$ . Ce résultat d'une bonne précision ne peut cependant pas être certifié sans la mesure d'échantillons de concentrations standards connues ou l'utilisation d'une autre méthode de mesure de la concentration en ion lanthanide.

La spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS) pourrait permettre de déterminer la concentration de notre échantillon par une autre méthode et ainsi de valider l'exactitude du résultat de cette expérience. Un titrage spectrophotométrique est une autre méthode plus facilement réalisable que l'ICP-MS et donnant accès à la concentration. Un titrant complexant les ions lanthanide avec une stœchiométrie bien définie et absorbant dans le spectre UV-visible serait alors nécessaire.

- *Résumé des résultats principaux (avec les valeurs)*
- *Critique du résultat*
- *Résumé de la discussion, approfondissements, perspectives*
- *Objectif atteint ? Mise à jour des connaissances par rapport à l'intro...*

- Importantes !!!
- Citation dans le texte <sup>1, 2, 3</sup>
- Section «Références» à la fin du rapport

Chaque **entrée** doit être **unique** !  
⇒ Si cit. 1 utilisée N × dans texte,  
réutiliser N × <sup>1</sup>.

### Références

1. Andres, J. Chauvin, A.-S. *Notions théoriques pour TP de Chimie I et II*. EPFL-SB-SCGC, Lausanne, **2019**.
2. Schwarzenbach G., Flaschka H. *Complexometric Titrations*. Methuen, London, **1969**.
3. Roussel, Ch. *Analyse quantitative*. EPFL-SB-SCGC, Lausanne, **2019**.

**ACS** (<https://doi.org/10.1021/acsguide.40303>)

- journal article** Foster, J. C.; Varlas, S.; Couturaud, B.; Coe, J.; O'Reilly, R. K. Getting into Shape: Reflections on a New Generation of Cylindrical Nanostructures' Self-Assembly Using Polymer Building Block. *J. Am. Chem. Soc.* **2019**, *141* (7), 2742–2753. DOI: 10.1021/jacs.8b08648
- book in print** Frankel, F. *Picturing Science and Engineering*; MIT Press, 2018.
- book chapter in print** Bard, A. J.; Faulkner, L. R. Double-Layer Structure and Absorption. In *Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications*, 2nd ed.; John Wiley & Sons, 2001; pp 534–579.
- website** *ACS Publications Home Page*. <https://pubs.acs.org/> (accessed 2019-02-21).

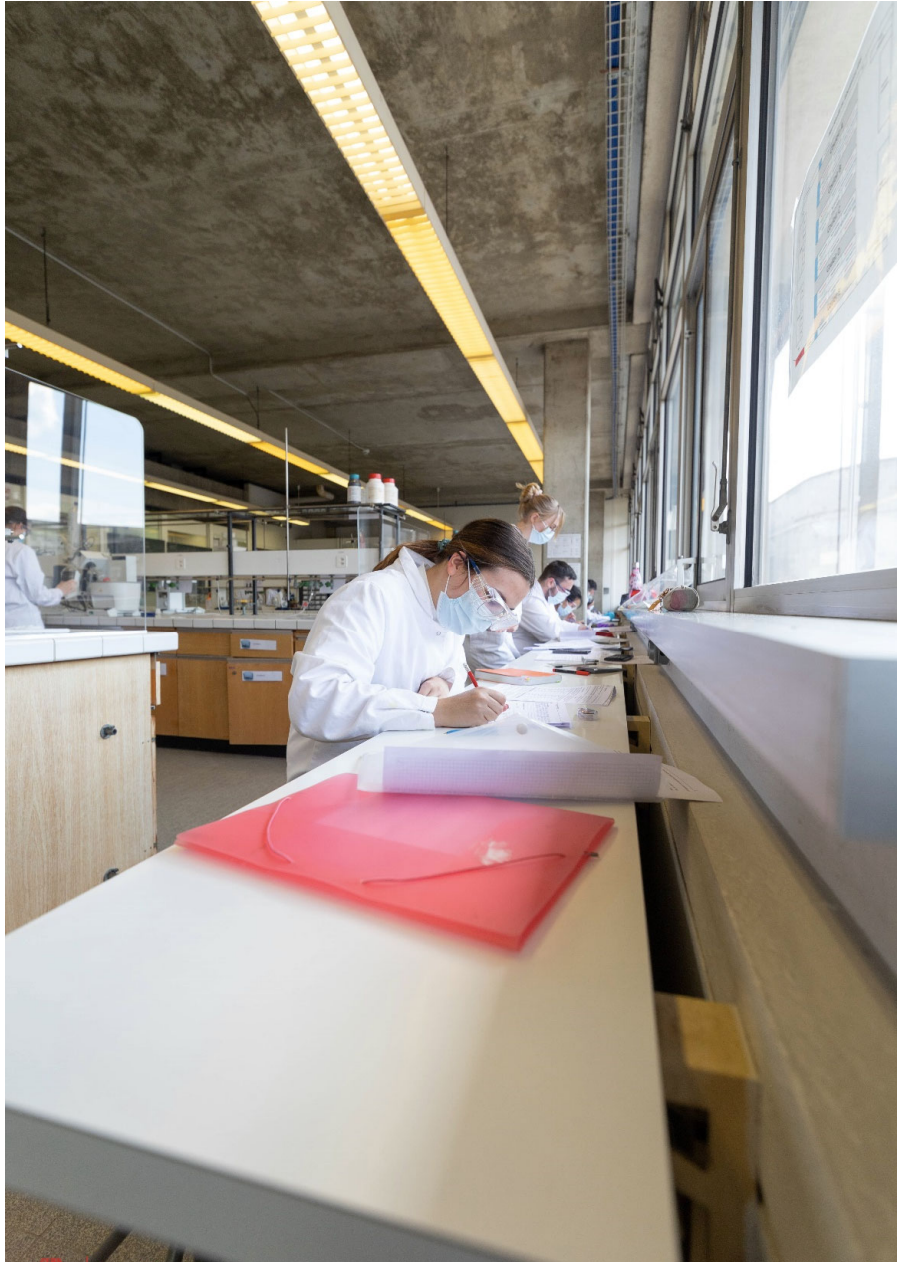
...

Auteurs. Titre. *Journal*. **Année**, volume, pages.

Auteurs. (Titre du chapitre. In) *Titre du livre*, Edition, Année(; pages).

- Ne pas écrire le rapport chronologiquement de manière linéaire de l'intro à la conclusion !
- Rapport = document rédigé
- Relectures





## Rédaction du rapport de TP

Aspects pratiques  
Règles et conventions

# Semestre 1:

## 3 TP → 2 rapports

TIT : Titrage acide-base et pH



Objectifs différents !

⇒ Trouver le bon angle pour introduire les expériences

AspC : Analyse de l'Aspirine C

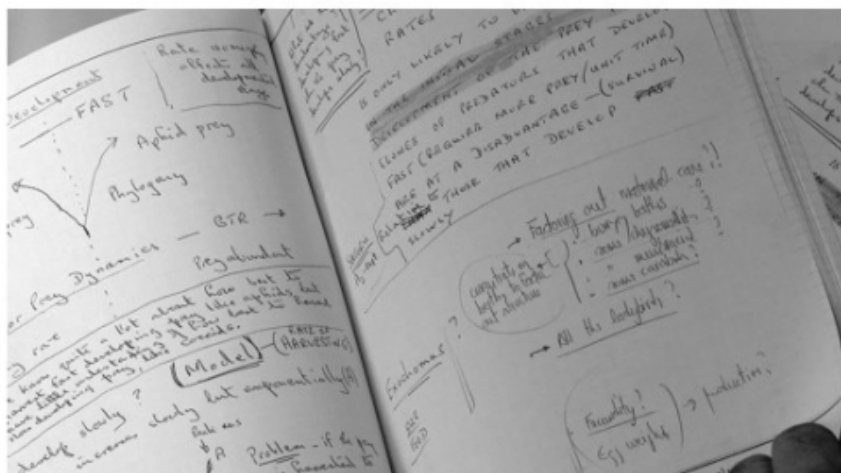


Compte-rendu  
à rendre le jour même

SAP : Saponification



Template .docx dispo sur moodle à utiliser !



Rédaction

## Détermination du nombre d'hydratation d'un sel de lanthanide

Julien Andres

Date 18.06.2021

### Introduction

Les sels de lanthanide(III) sont souvent trouvés sous formes hydratées. Le nombre d'hydratation peut varier en fonction des conditions de stockage du sel, de l'humidité ambiante, de la méthode de préparation ou de séchage du composé. Un sel de lanthanide doit donc être régulièrement titré afin d'en connaître la formule exacte. La formule générale est de la forme  $\text{LnR}_3 \cdot x \text{H}_2\text{O}$ , avec R<sup>-</sup> un anion halogénure (F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, etc.), perchlorate (ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>), nitrate (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>), triflate (CF<sub>3</sub>SO<sub>3</sub><sup>-</sup>), etc., et x le nombre d'hydratation (nombre de molécule d'eau).

Le titrage des ions trivalents Ln(III) se fait généralement par complexométrie<sup>1</sup> en utilisant la formation d'un complexe 1:1 entre l'EDTA et les ions lanthanide en solution aqueuse selon la réaction présentée en Figure 1.<sup>2</sup> Une solution de concentration connue en EDTA est utilisée. La solution est tamponnée par l'urotropine (pK<sub>a</sub> = 4,89) à pH acide afin d'éviter la précipitation d'hydroxydes de lanthanide. L'indicateur coloré est le xylène orange. Cet indicateur est coloré en rose-violacé en présence d'ions métalliques avec lesquels il peut former un complexe et en jaune sous sa forme libre. L'EDTA est un meilleur complexant que le xylène orange, ce qui permet de former quantitativement le complexe [Ln(EDTA)]<sup>-</sup> incolore et de relâcher l'indicateur sous sa forme libre.

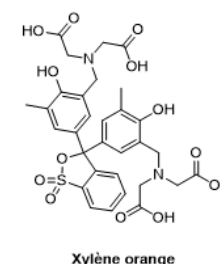
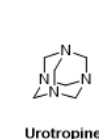
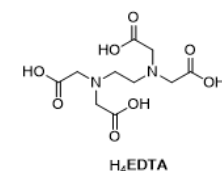
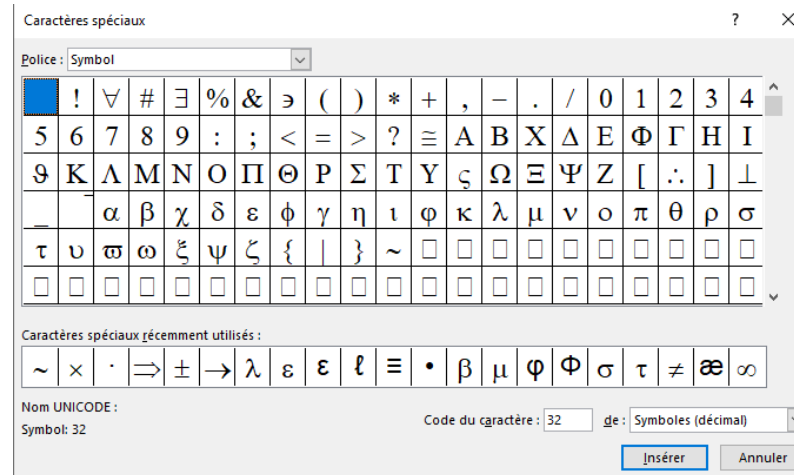
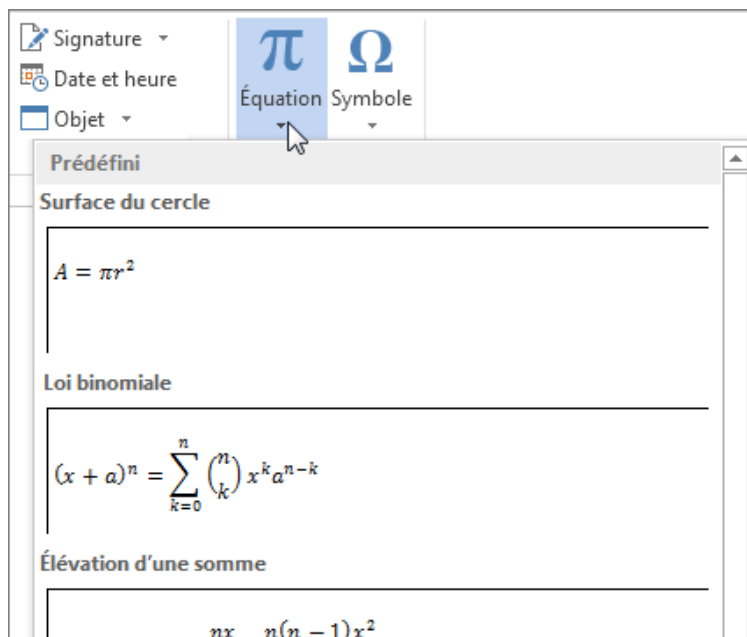


Figure 1. Réaction de l'EDTA avec les ions lanthanide (Ln) en solution aqueuse et structures des composés chimiques utilisés pour le titrage





**Où les trouver ?**

◀ Gestes de base en chimie



Informatique

### **MS-Office**

Selon le site [windows.epfl.ch - Informations windows et logiciels](https://www.microsoft.com/FR-CH/EDUCATION/), la version "étudiant" d'Office 365 est disponible gratuitement sur "<https://www.microsoft.com/FR-CH/EDUCATION/>" en s'enregistrant en tant qu'étudiant avec l'adresse e-mail EPFL.

Cette version vous donne accès à Word et Excel dont vous aurez besoin pour vos rapports de TP.

**A installer et tester pour mercredi prochain !**

www.deepl.com

https://www.deepl.com/translator

DeepL Traducteur DeepL Pro API Forfaits et tarifs Applications

Télécharger DeepL pour Windows C'est gratuit ! Connexion

Traduire du texte 26 langues

Traduire des fichiers .docx et .pptx

**3 fichiers / mois gratuits !!!**

Détection automatique ▼

Écrivez ou collez votre texte ici.

Pour traduire des fichiers Word (.docx) ou Powerpoint (.pptx), déposez-les directement dans notre interface de traduction de documents.

Assistants anglophones

Rapports en français possibles  
⇔ Traduction DeepL fournie

Français ▼

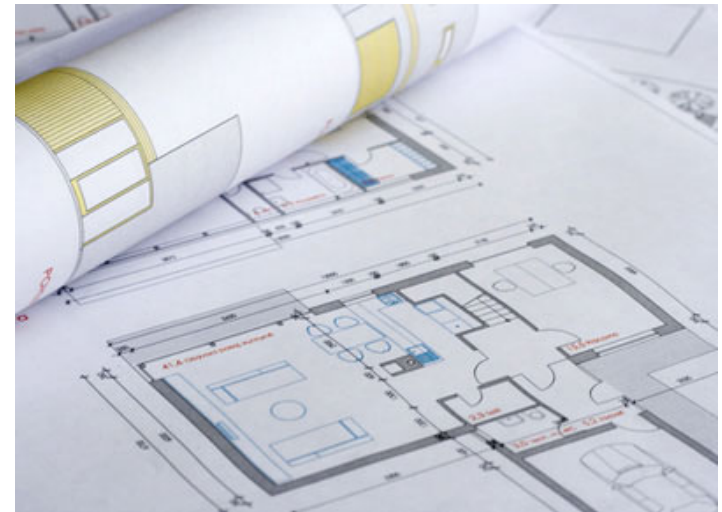
formel/informel ▼ Glossaire

↕

📄 🔗



1. Objectifs
2. Structure interne
3. Chronologie
4. Temps
5. Rédaction
6. Relectures
7. Révisions



# Rapports scientifiques: Règles et conventions

Présentation importante !

Contraintes de style et mise en page → **compris efficacement...**  
(partage d'info optimal)

## Mise en page

- Texte justifié
- Numéros de pages
- Titre et sous-titres

## Style

- Phrases courtes et claires
- Formel
- Passé, passif, discours indirecte
- Symboles

## Tableaux, figures, graphiques

- Légendes
- Numéroté
- Complets, clairs, utiles



**Schémas, structures chimiques: en dessus ou en dessous, mais cohérent**

**Tableaux: en dessus**

**Table 5. Selected Bond Distances (Å) for Ln(III) Complexes of TTHA**

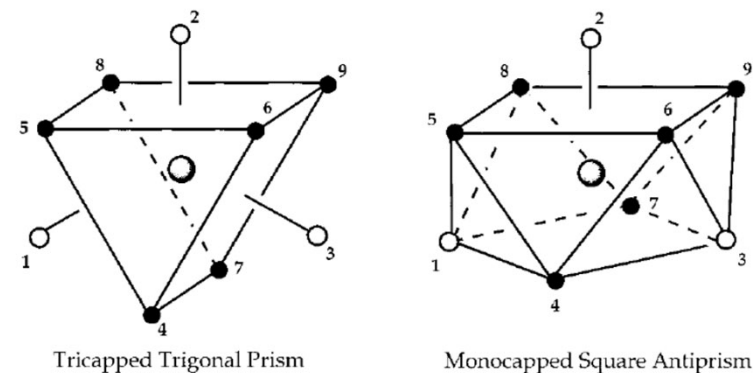
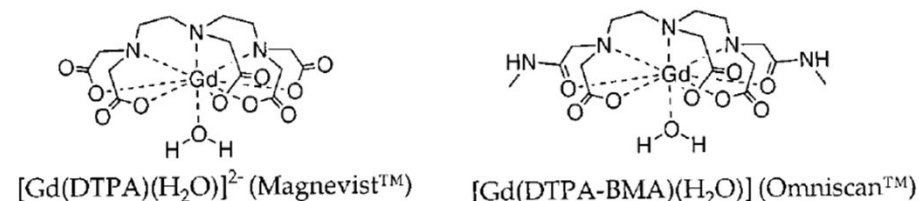
complex	Ln–O <sub>carboxylate</sub> <sup>a</sup>	Ln–N <sub>amine</sub> <sup>a</sup>	ref
Na <sub>3</sub> [Nd(TTHA)]	2.430–2.537	2.724–2.823	62
Na <sub>0.5</sub> H <sub>5.5</sub> [Nd <sub>2</sub> (TTHA) <sub>2</sub> ]	2.397–2.471	2.629–2.732	60
(CN <sub>3</sub> H <sub>6</sub> ) <sub>2</sub> [La(HTTHA)]	2.464–2.535 (2.801) <sup>b</sup>	2.757–2.875	57
K <sub>2</sub> [La(HTTHA)]	2.469–2.555 (2.711) <sup>b</sup>	2.788–2.843	58
(CN <sub>3</sub> H <sub>6</sub> ) <sub>2</sub> [Dy(HTTHA)]	2.317–2.419	2.574–2.712	57
(CN <sub>3</sub> H <sub>6</sub> ) <sub>2</sub> [Gd(HTTHA)]	2.352–2.437	2.590–2.733	59
K <sub>3</sub> [Yb(TTHA)]	2.264–2.365	2.568–2.721	61

<sup>a</sup> Range of observed distances. <sup>b</sup> One significantly longer bond distance is listed in parentheses.

**Equations: numérotée sur la même ligne (1), (2), etc. et expliquées dans le texte**

$$G = C \left( \frac{3 \cos^2 \phi - 1}{r^3} \right) + C \left( \frac{\sin^2 \theta \cos^2 2\phi}{r^3} \right) \quad (5)$$

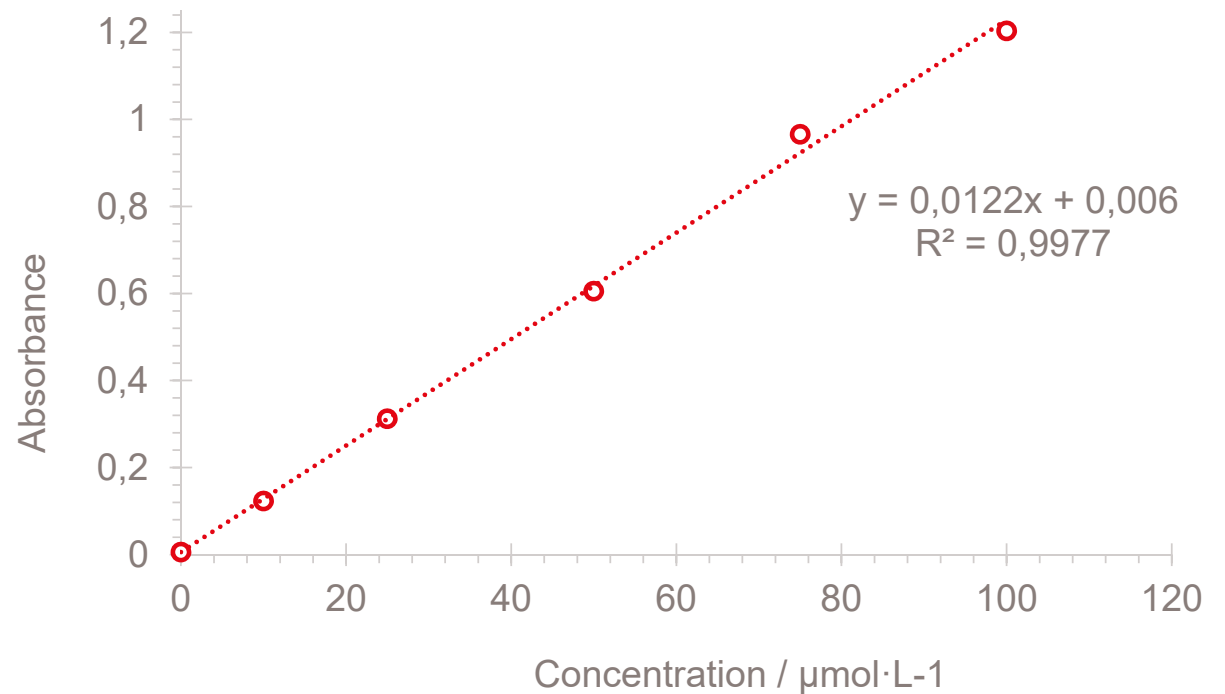
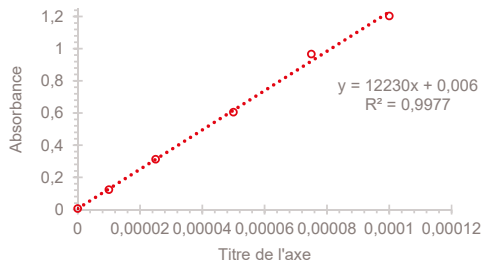
**Chart 1**



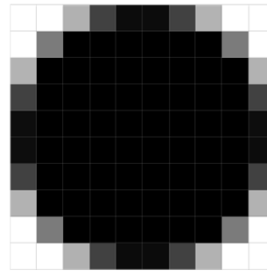
**Figure 1.** Tricapped trigonal prism (TTP) and monocapped square antiprism (CSAP) geometries.

**Figures, graphiques, autres images: en dessous**

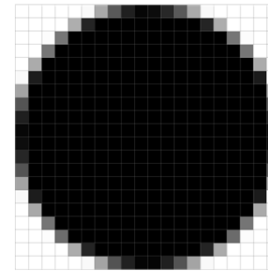
## Attention à la taille !



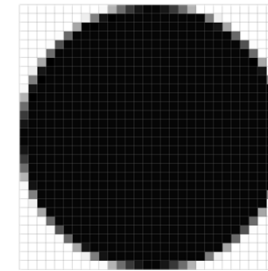
## Résolution



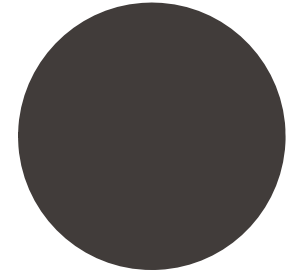
**1x**  
(10 x 10 px)



**2x**  
(20 x 20 px)



**3x**  
(30 x 30 px)



Redessiné

Polices

Polices

Lorem ipsum dolor sit  
amet, consectetur  
*adipiscing* elit...



**Polices**

Arial  
Times New Roman  
(+  $\Sigma\psi\mu\beta\omicron\lambda$ )

Corps du texte: Taille 12



## Utilisez les styles !

Titre¶

¶

Lorem ipsum dolor sit amet, consectetur adipiscing elit, sed do eiusmod tempor incididunt ut labore et dolore magna aliqua.¶

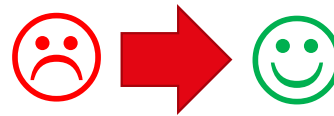
¶

¶

**Table 1.** x en fonction de y ¶

¶

x¶	$y = 2 \cdot x + 1$ ¶
1¶	3¶
2¶	5¶



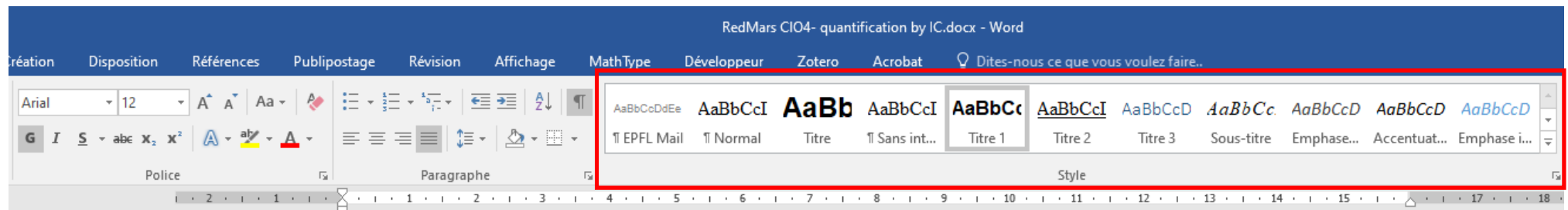
Titre¶

Lorem ipsum dolor sit amet, consectetur adipiscing elit, sed do eiusmod tempor incididunt ut labore et dolore magna aliqua.¶

**Table 1.** x en fonction de y ¶

x¶	$y = 2x + 1$ ¶
1¶	3¶
2¶	5¶

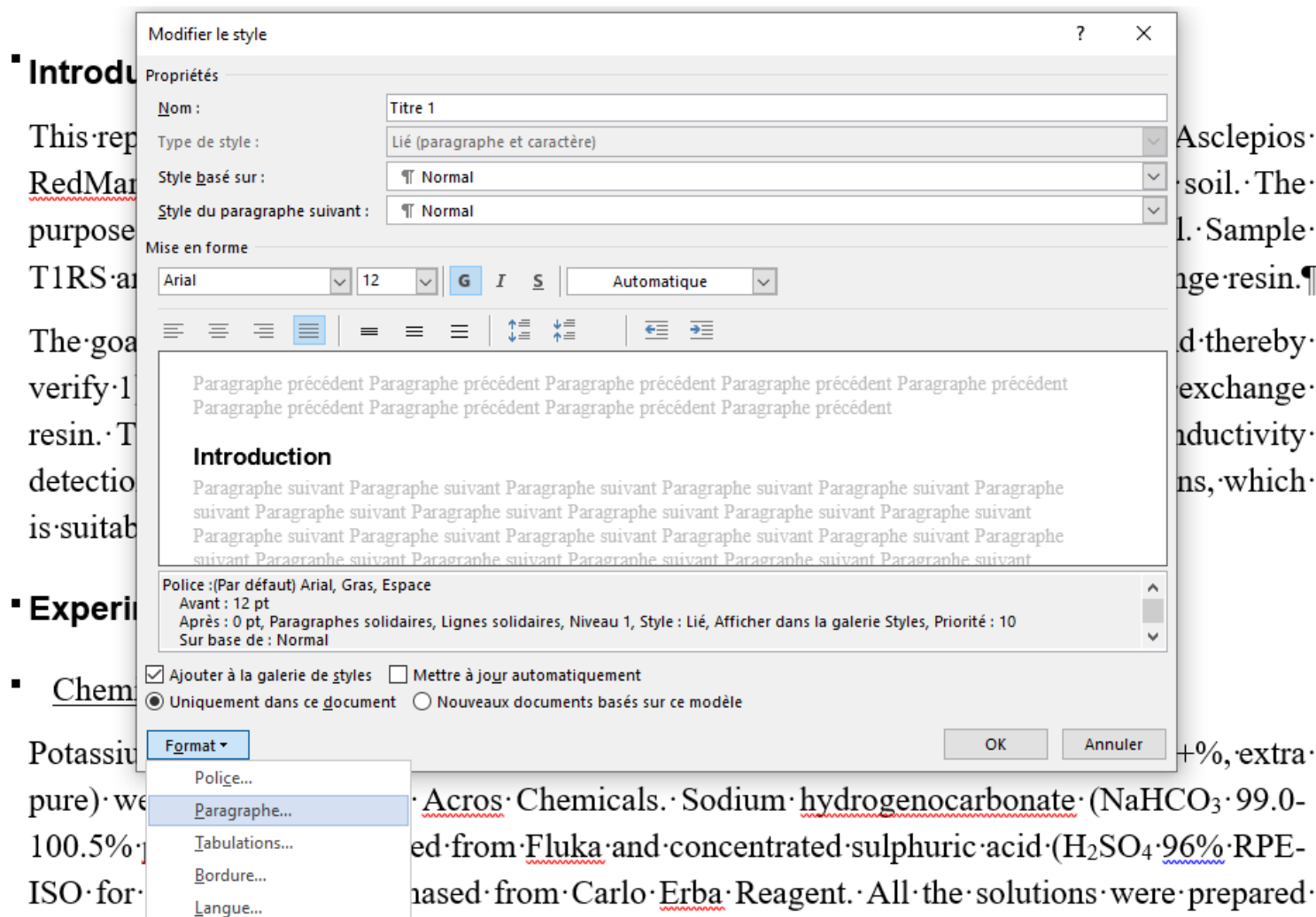




## Introduction¶

This report presents the analysis by ion chromatography of samples provided by the Asclepios RedMars mission. These samples are extracts of a potassium perchlorate enriched soil. The purpose of the perchlorate addition is to obtain a soil analogous to the Martian soil. Sample T1RS and T1RS2 are soil extracts before and after purification through an ion exchange resin.¶

The goal is to quantify the concentration of perchlorate anions in the two samples and thereby verify 1) the efficiency of the extraction procedure and 2) the effectiveness of the ion exchange resin. The quantification is done by ion chromatography (IC) using suppressed conductivity detection. The ion chromatography systems (ICS) were used in their routine conditions, which is suitable for the analysis of common anions in water.¶





$$\left[ \frac{-\hbar^2}{2m} \nabla^2 + V(\mathbf{r}) \right] \Psi(\mathbf{r}) = E \Psi(\mathbf{r})$$

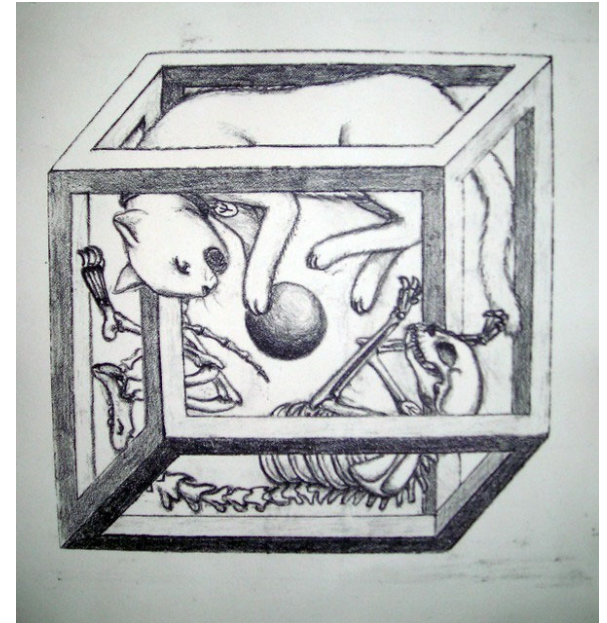
$$\nabla^2 f = \nabla \cdot \nabla f = \text{div}(\text{grad } f)$$

Erwin Schrödinger

$$E_{\text{cin}} = \frac{1}{2} m v^2 = \frac{p^2}{2m}$$

$$\hat{p}_x = -i\hbar \frac{d}{dx}$$

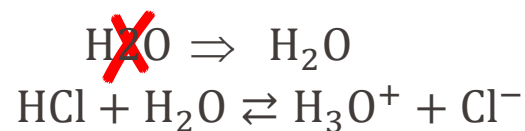
$$\nabla f = \begin{pmatrix} \frac{\partial f}{\partial x} \\ \frac{\partial f}{\partial y} \\ \frac{\partial f}{\partial z} \end{pmatrix}$$



### Symboles corrects

Multiplication : ~~·~~  $\Rightarrow$   $\cdot$  ou  $\times$

### Indices et exposants



### Equations et formules mathématiques

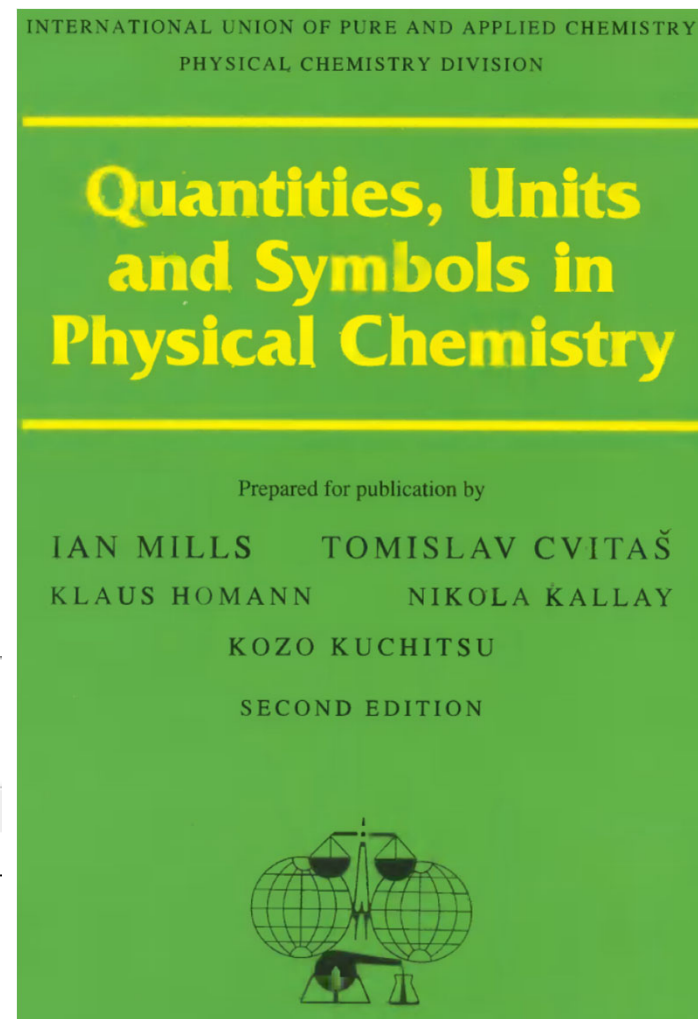
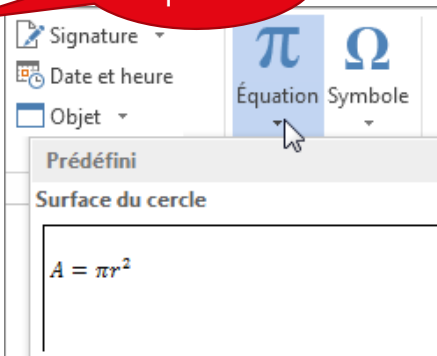
$c_A = V_B \cdot c_B / V_A \Rightarrow c_A = \frac{V_B \cdot c_B}{V_A}$

### Notation scientifique

~~2,37E-3~~  $\Rightarrow$   $2,37 \cdot 10^{-3}$

### Notation IUPAC

Voir...



- [https://old.iupac.org/publications/books/gbook/green\\_book\\_2ed.pdf](https://old.iupac.org/publications/books/gbook/green_book_2ed.pdf)
- <https://www.iupac.org/cms/wp-content/uploads/2016/01/ICTNS-On-the-use-of-italic-and-roman-fonts-for-symbols-in-scientific-text.pdf>

Règle

FR ,  
ENG .

italique

roman

$\lambda = 614,5 \text{ nm}$

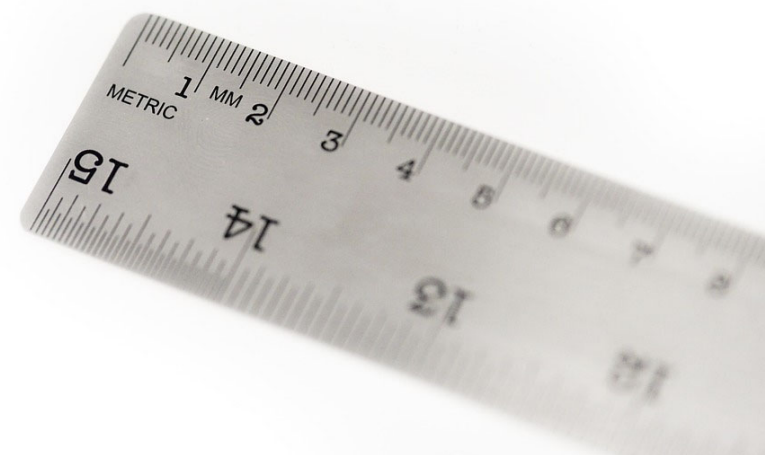
614,5 nm  
150  $\mu\text{S}$   
250 mL  
12,011  $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$

Distance ( $\ell$ ), concentration ( $c$ ),  
pression ( $p$ ), constante d'équilibre ( $K$ ),  
entropie ( $S$ ), etc.

Exceptions: pH,  $pK_a$

5% = 5 %

Espace (insécable)  
[Ctrl + Shift + Espace]



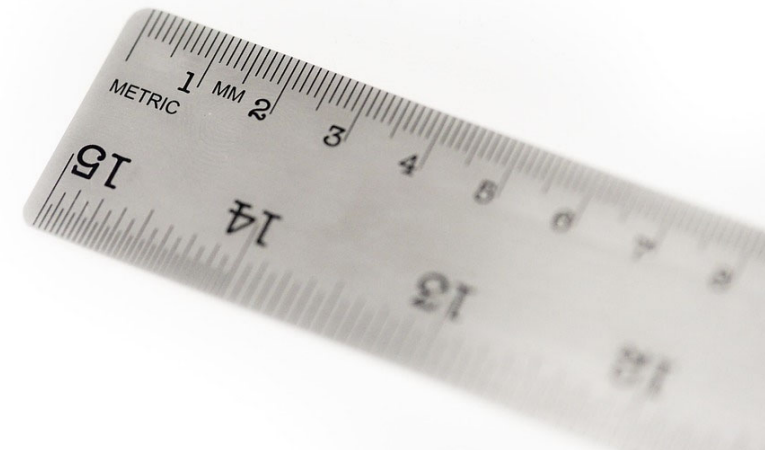
Attention!

$C_V$  vs  $c_V$

Capacité thermique isocore ( $C_V$ )

Concentration de V ( $c_V$ )

Définir les symboles de la quantité physique  
(texte ou légende)



- Bonne présentation (mise en page)
- Formel (style)
- Montre une bonne compréhension du sujet
- Descriptions claires
- Explications persuasives
- Discussion apportant quelque chose