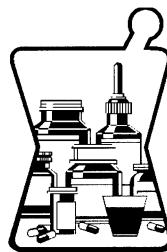




ÉCOLE POLYTECHNIQUE
FÉDÉRALE DE LAUSANNE

FACULTÉ DES SCIENCES DE BASE

Section de Chimie et Génie Chimique



TRAVAUX PRATIQUES DE CHIMIE

1 Préparation des séances

- a) Les programmes et les plannings sont communiqués en début de semestre. La manipulation doit être lue et préparée à l'avance. Les étudiants sont tenus d'en connaître les bases théoriques et la nature du mode opératoire. En cas de problème de compréhension, il est nécessaire de se référer au cours de chimie générale et/ou chimie organique.
- b) Un contrôle individuel du degré de préparation peut avoir lieu par une brève interrogation écrite au début ou à la fin de la séance de travaux pratiques.
- c) Chaque séance de travaux pratiques débute par une courte séance d'introduction (5 à 10 minutes) donnée par l'assistant(e). Durant cette séance, seuls les problèmes expérimentaux sont soulevés, d'où l'intérêt d'avoir étudié en détail l'expérience de la semaine.
- d) Pour des raisons de sécurité, il est impératif d'être présent à l'heure indiquée pour suivre cette introduction, tout retard pouvant être sanctionné par une diminution de la note.

2 Sécurité

Une introduction à la sécurité est donnée avant le début des travaux pratiques par le (la) responsable des travaux pratiques et/ou par les assistant(e)s.

Sauf rares indications contraires, les produits utilisés dans le cadre de ces travaux pratiques sont peu toxiques, mais le travail dans un laboratoire comporte de nombreux risques. Il est donc impératif de se reporter aux instructions données par les assistant(e)s et d'observer les règles fournies dans le fascicule intitulé «Règles de Sécurité pour les Travaux Pratiques de chimie». Chaque étudiant s'engage à appliquer ces règles et doit rendre dûment signée et remplie l'attestation située en dernière page du fascicule.

De plus, les effets personnels (sacs et habits) doivent être laissés dans les armoires mises à disposition à l'amphithéâtre. Les étudiants doivent se procurer un cadenas pour fermer le casier (un casier pour deux ou trois personnes) mais il doit impérativement être libéré à la fin de chaque séance.

3 Matériel

- a) Le matériel placé sur les tables est suffisant pour accomplir toutes les étapes de la manipulation. Il ne doit pas

être échangé avec celui se trouvant sur les autres tables. Les réactifs communs se trouvent au-dessus des paillasses ou sous les chapelles ventilées et doivent être immédiatement remis à leur place après usage. Après chaque usage, les récipients doivent être aussitôt rebouchés.

- b) Le matériel cassé (verrerie) doit être signalé à l'assistant(e), puis déposé au guichet pour être échangé. Les débris de verre ne doivent pas être jetés dans les poubelles, ni dans les éviers, mais dans des containers spéciaux (voir les indications de l'assistant(e)).

4 Nettoyage et entretien de la place de travail

Aussitôt après usage et à la fin de la manipulation, toute la verrerie et autres accessoires doivent être soigneusement lavés à l'eau courante (au besoin avec du détergent) puis rincés extérieurement et intérieurement avec de l'eau désionisée.¹



La verrerie jaugée (ballons jaugés et pipettes graduées) ne doit JAMAIS être chauffée, sinon elle perd sa précision.

Les places de travail doivent être nettoyées avec une éponge humide imprégnée d'un peu de détergent, puis rincées à l'eau du robinet.

Laisser la place de travail et le matériel aussi propres que possible. Les places sont occupées chaque jour par d'autres étudiants.

¹ L'eau désionisée est exempte de sels minéraux et sèche sans laisser de dépôts (qui affecteraient la précision des dosages lors d'une utilisation ultérieure).

5 Compte rendu de l'expérience

Les deux étudiants d'un binôme doivent se partager équitablement le travail. Le rapport doit être rédigé à tour de rôle et le travail pratique doit être partagé de la même façon !

Chaque étudiant ou binôme remplit le compte rendu qui doit être le miroir des opérations effectuées et qui contient les calculs, les conclusions et les réponses aux exercices proposés. Le rapport comprend les éléments suivants :

- i) but de l'expérience
théorie – principe de l'expérience
- ii) opérations effectuées
- iii) mesures et résultats
- iv) discussions des résultats
- v) conclusion(s)

- **But et principe de l'expérience**

Il s'agit d'une introduction sur le principe de la manipulation et le type d'expérience mis en jeu pour réaliser cette manipulation. Il peut inclure quelques notions théoriques relatives à l'expérience. Ne pas recopier le protocole figurant dans le mode opératoire, mais expliquer avec ses propres mots ce qui a été compris de la manipulation.

- **Opérations effectuées**

Noter, au fur et à mesure, en termes concis mais précis, les opérations effectuées et les observations faites (changements de couleur, réactions, etc.). Il est interdit de recopier le mode opératoire figurant dans le guide.

Si nécessaire, détailler le montage de l'expérience (faire un schéma).

Exemple :

- *Ajuster le volume de la fiole jaugée $Ni(NO_3)_2$ (No A32) à 100 mL avec de l'eau désionisée. Homogénéiser la solution. Pipeter $20,00 \pm 0,03$ mL (analyse Ni-1) dans*

un bécher de 400 mL. Puis ajouter 150 mL d'eau déionisée.

- Chauffer la solution (70°) puis ajouter goutte à goutte 40 mL de glycérol (1% ds alcool). Formation d'un précipité rouge... etc.

• Mesures et résultats

Inclure le calcul des concentrations

Détailler les calculs afin de pouvoir détecter d'éventuelles erreurs.

• Discussion des résultats

Analyser les résultats, les éventuelles erreurs expérimentales, commenter la pertinence de ces résultats. Si deux méthodes différentes ont permis de calculer les valeurs, par exemple la concentration du même échantillon, discuter de la convergence ou non des résultats, commenter l'intérêt d'une méthode par rapport à l'autre, de la précision de la méthode, etc.

• Conclusions

En fonction de la manipulation effectuée, discuter de la méthode de mesure, de son application à d'autres domaines de la chimie, etc.

• Signatures des étudiants ayant effectué la manipulation

À défaut, le rapport ne sera pas corrigé et sera considéré comme non rendu. Ceci concerne surtout les étudiants travaillant en binôme.

• Présentation des rapports:

- ne pas écrire au crayon à papier
- écrire lisiblement
- mettre les résultats en évidence
- utiliser un langage scientifique (éviter les remarques trop personnelles du type « Je trouve que mes résultats sont bons. », « Mes mesures donnent des résultats que j'estime excellents. », ...)

=> préférer une formulation au passif (« 20,00 mL ont été prélevés. »), à l'infinitif (« Prélever 20,00 mL. »), ou éventuellement la forme impersonnelle « On prélève 20,00 mL. »).

- bien présenter les formules et éviter de les surcharger avec des chiffres inutiles (penser à la notation scientifique et au nombre de chiffres significatifs !)
- toujours penser à préciser les unités
- garder la même présentation tout au long du rapport

• Éthique

Le fait de fausser ses résultats et/ou de ne pas considérer une mesure comme valeur expérimentale (afin que, par exemple, la théorie proposée soit mieux fondée par l'expérience) est une grave erreur scientifique et elle contrevient à l'éthique de base qui règle la science.

• Notation des rapports

La notation des rapports se base entre autres sur les aspects suivants :

- la précision de l'analyse (très importante)
- la qualité du rapport rendu
- la participation et la compréhension de la manipulation

• Absences

Toute absence doit être justifiée ; le justificatif doit être remis au (à la) responsable de l'enseignement. Les absences non justifiées ne sont pas tolérées et seront notées par un « zéro ». Sont admises comme absences justifiées :

- la maladie : fournir un certificat médical dans les plus brefs délais.
- le service militaire: fournir un ordre de marche.

En cas d'absences répétées, le module de travaux pratiques ne sera pas acquis. Pour plus de détails, se référer au protocole d'examen en vigueur pour chaque section.

6 Unités

Il faut toujours indiquer les unités concernées. Incrire une grandeur physique (température, masse, ...) sans unité constitue une erreur, et la valeur ne peut être prise en compte. C'est pourquoi il est impératif de toujours préciser l'unité correspondante, même si cela peut paraître évident.

Rappel: les unités de base du système international sont: le mètre (longueur), le kilogramme (masse), la seconde (temps), l'ampère (courant électrique), le kelvin (température), la mole (quantité de matière), la candela (intensité lumineuse), etc.

7 Formules

Lorsqu'on utilise une formule, il faut :

- expliquer son « origine » => découle-t-elle d'une loi (loi des gaz parfaits, Gauss, ...), d'une relation expérimentale (Dulong-Petit, etc...), d'une hypothèse, ou autre?
- définir les termes qui la composent (préciser la valeur s'il s'agit d'une constante)
- indiquer les unités des termes de la formule.

8 Graphiques

Pour être informatif, les éléments suivants doivent toujours être précisés en traçant un graphique :

- le titre
- la légende
- les noms des valeurs pour chaque axe
- les unités des axes
- la graduation des axes

Choisir au mieux l'échelle, afin que les valeurs soient exploitées au maximum et que le graphique soit lisible et utilisable par exemple pour trouver une valeur supplémentaire, ou pour tracer une droite de régression, etc.

9 Mesure

La mesure est un des moyens les plus utilisés en sciences pour appréhender la réalité et en donner une description. Cependant, cette mesure est fiable pour autant que les instruments soient le plus précis et exacts possible. Il existe donc un degré d'incertitude lié à cette mesure. À cela, il faut ajouter des erreurs possibles de la part de l'expérimentateur, qu'il s'agisse d'un manque d'habileté ou d'une mauvaise utilisation de l'instrument de mesure.

10 Erreurs d'échantillonnage

Une mesure n'est significative que si elle a été effectuée sur un échantillon représentatif. Par exemple, pour mesurer le taux d'oxygène du lac Léman, élément vital pour les poissons, il faut tenir compte de l'endroit où l'échantillon a été prélevé (en surface ou en profondeur), la température de l'eau, etc. Il faut donc toujours tester plusieurs échantillons pour lesquels on calculera un taux moyen, et noter les conditions dans lesquelles les échantillons ont été prélevés.

11 Chiffres significatifs dans les calculs

Le nombre de chiffres significatifs indique la précision de la mesure. Il s'agit des chiffres connus avec certitude plus le premier chiffre incertain. La précision avec laquelle on connaît la valeur d'une grandeur dépend du mesurage.

Par exemple :

- 9851 a quatre chiffres significatifs. Le premier chiffre incertain est le 1.
- Lorsqu'un 0 est le premier chiffre, il n'est **pas** significatif.
Exemples : 981 - 9,81 - 0,981 - 0,0981 - 0,0000981 sont tous des nombres à 3 chiffres significatifs.
- Lorsque le 0 est le dernier chiffre, il est significatif lorsqu'il se situe après la virgule.

Exemple : 1,200 a quatre chiffres significatifs.

d) Si le 0 est le dernier chiffre d'un nombre entier, il peut être ou non significatif. Afin de dissiper toute équivoque, la notation scientifique est préférée.

Exemple : 500 peut avoir 1, 2 ou 3 chiffres significatifs ; $5 \cdot 10^3$ possède 1 chiffre significatif ; $5,0 \cdot 10^3$ possède 2 chiffres significatifs.

Il est préférable de travailler avec des valeurs qui ont le même nombre de chiffres significatifs. Toutefois, des données sont parfois fournies avec des nombres de chiffres significatifs différents. Le résultat du calcul doit alors être exprimé avec le nombre de chiffres significatifs de la donnée qui en possède le moins, car une quantité calculée ne peut pas être plus précise que les données utilisées dans les calculs. De même, le résultat d'une multiplication ou d'une division ne doit jamais comporter plus de chiffres significatifs que le facteur qui en a le moins.

De plus, le nombre de chiffres significatifs à indiquer doit être évalué dans chaque cas, en tenant compte de l'erreur relative.

Il faut donc être cohérent :

Soit un dosage à 0,5% (erreur relative)

$$[\text{HCl}] = 0,0998 \text{ M}$$

→ l'erreur absolue est de $\pm 0,0005 \text{ M}$.

$$[\text{HCl}] = 0,099 \pm 0,0005 \text{ M}$$

→ l'indication est insuffisante.

$$[\text{HCl}] = 0,09985 \pm 0,0005 \text{ M}$$

→ le 5^e chiffre est superflu.

Le résultat correct est :

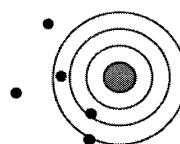
$$[\text{HCl}] = 0,0998 \pm 0,0005 \text{ M}$$

Enfin, privilégier la notation scientifique, avec la même puissance de dix pour la valeur numérique et l'incertitude de la mesure. Ainsi, on obtient : $[\text{HCl}] = 9,98 \cdot 10^{-2} \pm 0,05 \cdot 10^{-2} \text{ M}$

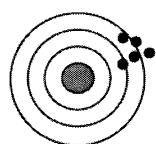
12 Précision et exactitude d'une mesure

Quel que soit le matériel utilisé, la mesure obtenue n'est jamais une valeur exacte. Lors de mesures pendant une expérience, il faut considérer plusieurs sources d'erreurs (*uncertainty* en anglais).

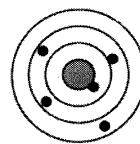
- 1) Les « erreurs systématiques » (*accuracy*) qui affectent le résultat constamment et dans le même sens (erreurs des appareils de mesures, limites de précision, etc.). Il faut alors éliminer, ou corriger le résultat, si possible. Dans l'exemple ci-dessous, les flèches visent bien le centre, ou bien un autre point de la cible.
- 2) Les « erreurs accidentelles » ou statistiques (*precision*). Il faut alors répéter les mesures, calculer la moyenne et évaluer l'incertitude en utilisant les outils de statistique. Dans l'exemple ci-dessous, les flèches visent bien le centre, ou bien un autre point de la cible ; les flèches sont proches les unes des autres, ou bien au contraire éparpillées sur la cible.
- 3) La précision de la mesure ou incertitude (*resolution*). Dans l'exemple ci-dessous, il s'agit de la taille de la pointe de la flèche.



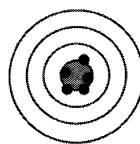
ni juste ni fidèle ("imprécis")
(erreur aléatoire + systématique)



pas juste mais fidèle
(erreur systématique)



juste mais pas fidèle
(erreur aléatoire)



juste et fidèle ("précis")
(erreurs faibles)

L'erreur totale est la somme de ces trois erreurs.

Incertitude absolue (incertitude due aux appareils de mesure)

Si la valeur exacte d'une grandeur est X (connue théoriquement) et la valeur mesurée est X_0 alors l'incertitude absolue

ΔX_0 est définie comme étant :

$$X_0 - \Delta X_0 \leq X \leq X_0 + \Delta X_0.$$

Autrement dit, $X = X_0 \pm \Delta X$

Par exemple, un objet pesé avec une balance analytique indique le résultat suivant : $1,234 \pm 0,003$ g. Cela signifie que la masse exacte se situe entre 1,231 et 1,237

Incertitude relative

Elle est définie par $\Delta X_0 / X_0$ et elle est souvent exprimée en pourcentage.

Erreurs aléatoires

Le mesurage est l'ensemble d'opérations ayant pour but de déterminer la valeur d'une grandeur. Il faut distinguer l'erreur aléatoire, obtenue en effectuant plusieurs mesures sur un échantillon donné, de l'erreur systématique. Pour l'erreur aléatoire, on distingue :

- La reproductibilité (aussi appelée justesse de la mesure) : il y a concordance entre les résultats de mesurages successifs et individuels d'une même grandeur. Ces derniers sont effectués en variant la méthode, l'instrument utilisé, l'opérateur, etc.
- La répétabilité : concordance entre les résultats de mesurages successifs d'une même grandeur, effectués avec la même méthode, par le même opérateur, avec les mêmes instruments de mesure, et à des intervalles de temps relativement courts.

Ces deux types d'erreurs sont illustrés sur le schéma de tir sur une cible.

13 Calcul d'une moyenne et d'un écart type

La moyenne arithmétique est la moyenne « ordinaire », c'est-à-dire la somme des valeurs numériques X_i (avec i variant de 1 à n) divisée par le nombre n de ces valeurs numériques.

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i$$

L'écart type mesure la dispersion d'une série de valeurs autour de leur moyenne. L'incertitude de la mesure ΔX est le rapport de l'écart type divisé par la racine carrée de n .

$$s = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2} \rightarrow \Delta X = \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Exemple : on mesure à cinq reprises la concentration d'une solution d'acide chlorhydrique, et on trouve les valeurs suivantes :

Mesure 1	$5,25 \cdot 10^{-3}$ M
Mesure 2	$5,32 \cdot 10^{-3}$ M
Mesure 3	$5,31 \cdot 10^{-3}$ M
Mesure 4	$5,28 \cdot 10^{-3}$ M
Mesure 5	$5,26 \cdot 10^{-3}$ M

$$\text{Moyenne } c = 5,28 \cdot 10^{-3} \text{ M}$$

$$\text{Écart type } s = 0,03 \cdot 10^{-3} \text{ M}$$

$$\Delta c = 0,01 \cdot 10^{-3} \text{ M}$$

Le résultat s'exprime de la façon suivante : $c = (5,28 \pm 0,01) \cdot 10^{-3} \text{ M}$

14 Le degré de précision des instruments

La précision des mesures dépend de plusieurs facteurs, tels que :

- 1) Le matériel utilisé. La section suivante donne plus de détails sur la précision du matériel de verrerie communément utilisé au laboratoire.

Exemple : une pipette jaugée de 10 mL a une incertitude de 0,02 mL, autrement dit, $V_0 = 10,00 \pm 0,02$ mL

En général la fiole jaugée est précise à $\pm 0,01$ mL près. La mesure du volume s'écrit alors : $V = 100,00 \pm 0,01$ mL (erreur relative : 0,01%).

- 2) L'expérimentateur et les limites de son observation. Comment estimer une valeur située entre deux traits de graduations ? Comment distinguer deux nuances de couleur très proches lors d'un dosage colorimétrique ? L'addition d'une goutte de plus ou de moins pour un dosage représente une différence de 0,05 mL.
- 3) Le type d'expérience choisi. Il peut y avoir un biais expérimental (ex : choix de l'indicateur coloré). Deux méthodes différentes peuvent donner deux résultats proches mais différent (ex : détermination du pK_a d'un acide lors du dosage acidobasique par colorimétrie, ou par potentiométrie). La mesure d'une grandeur physicochimique dépend aussi de l'appareil de mesure utilisé.

15 Propagation des incertitudes

La propagation d'une incertitude dépend de la forme mathématique

15.1 Cas d'une somme ou d'une différence

$$X = X_1 + X_2 - X_3$$

$$\Delta X = \sqrt{(\Delta X_1)^2 + (\Delta X_2)^2 - (\Delta X_3)^2}$$

Exemple

Un titrage acido-basique est réalisé avec indicateur coloré et le volume d'équivalence V_{eq} est mesuré avec une burette graduée. $V_{eq} = V_{initial} - V_{final}$

Le volume initial correspond à 0 mL et le volume final correspond au changement de couleur de l'indicateur coloré.

$$\Delta V_{eq} = \sqrt{(\Delta V_{initial})^2 + (\Delta V_{final})^2}$$

L'incertitude de la lecture dépend de la graduation et on estime qu'elle correspond à une demi graduation, soit :

$$\Delta V_{initial} = \Delta V_{lecture} = 0,05 \text{ mL}$$

Pour l'incertitude ΔV_{final} , il faut considérer :

- L'incertitude de la lecture de la graduation $\Delta V_{lecture} = 0,05$ mL
- L'incertitude instrumentale sur le volume de la burette, dans cet exemple $\Delta V_{burette} = 0,06$ mL
- La méthode employée, avec un changement de couleur qui peut varier à une goutte près. Soit $\Delta V_{goutte} = 0,05$ mL

$$\Delta V_{final} = \sqrt{(\Delta V_{lecture})^2 + (\Delta V_{burette})^2 + (\Delta V_{goutte})^2}$$

Autrement dit :

$$\Delta V_{eq} = \sqrt{(\Delta V_{initial})^2 + (\Delta V_{final})^2}$$

$$\Delta V_{eq} = \sqrt{(\Delta V_{lecture})^2 + (\Delta V_{lecture} + \Delta V_{burette} + \Delta V_{goutte})^2}$$

$$\Delta V_{eq} = \sqrt{(0,05)^2 + (0,05 + 0,06 + 0,05)^2}$$

$$\Delta V_{eq} = 0,17 \text{ mL}$$

15.2 Cas d'un produit ou d'un quotient

$$X = \frac{X_1 \times X_2}{X_3}$$

$$\Delta X = X \sqrt{\left(\frac{\Delta X_1}{X_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta X_2}{X_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta X_3}{X_3}\right)^2}$$

Exemple

La concentration initiale de la solution qui a été dosée est donnée par la relation $c_0 = c \cdot V_{eq} / V_0$

La solution titrante est une erreur sur la concentration qui est considérée comme nulle car c'est une solution commerciale dont la valeur du titre est certifiée.

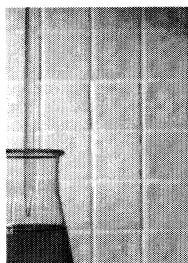
Les valeurs des deux autres incertitudes ont été calculées précédemment.

$$\Delta c_0 = c_0 \sqrt{\left(\frac{\Delta c}{c}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_0}{V_0}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{eq}}{V_{eq}}\right)^2}$$

$$\Delta c_0 = 5,28 \cdot 10^{-3} \times \sqrt{0 + \left(\frac{0,02}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,17}{13,8}\right)^2}$$

$$= 0,0396$$

$$= 0,04 \text{ M}$$



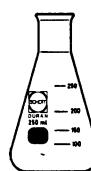
TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES D'ANALYSE

Lors d'un dosage chimique, la précision désirée est inférieure à 1%. Afin d'arriver à une telle précision, il importe de travailler proprement et précisément en observant les protocoles suivants.

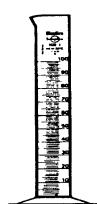
1 Verrerie utilisée



Bécher, récipient cylindrique utilisé dès qu'il y a formation de solide (précipitation).



Erlenmeyer à col étroit ou large, utilisé surtout pour les titrages ou pour travailler dans un récipient fermé.



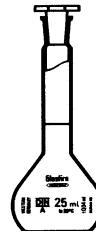
Le cylindre gradué sert à mesurer des volumes avec une précision de l'ordre de 2-3 %. Cette précision n'est pas assez grande pour des dosages.



La burette est un long tube de verre gradué comportant un robinet au-dessus d'une extrémité filetée. La burette est utilisée lors des dosages volumétriques, pour **déterminer de façon très précise le volume d'un réactif**. L'erreur sur le volume (erreur absolue) est de l'ordre de $\pm 0,05$ mL ($\pm 0,05$ mL). Attention à chasser la bulle d'air qui se trouve dans la pointe de la burette avant la mise à zéro.



Le flacon à peser (ou poudrier) est utilisé pour peser de petites quantités de matière solide. Il comporte un couvercle pour éviter le contact prolongé avec l'humidité de l'air.

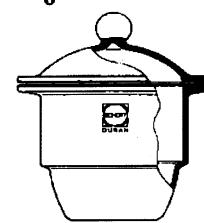


La fiole jaugée (ou ballon jaugé) est un récipient à fond plat et col étroit portant un trait de jauge. Le volume jaugé est le volume utilisé pour remplir la fiole jusqu'au trait de jauge. À la vidange, le volume est toujours inférieur au volume indiqué sur la fiole. La fiole jaugée est utilisée pour diluer un essai à un volume connu (par ex. 100,00 mL), afin d'effectuer ensuite des prises aliquotes à l'aide d'une pipette jaugée (par ex. 20,00 mL). La précision de cet instrument est en général de $\pm 0,05$ mL.

ATTENTION : Les fioles jaugées doivent être vidées et nettoyées après chaque usage.



La pipette jaugée est un instrument en verre permettant d'effectuer des **prises aliquotes** (généralement de 0,1 mL à 50 mL). La précision est de $\pm 0,015$ à $\pm 0,030$ mL suivant la pipette utilisée. Elle dépend beaucoup d'une utilisation correcte de l'instrument.



Le dessiccateur évite qu'une substance ne s'hydrate au contact de l'humidité de l'air. Utilisé lors des pesées très précises, il est rempli d'un desséchant.

À manipuler avec précaution (ouverture du couvercle !) car son remplacement est coûteux. Veiller à bien graisser le rodage.

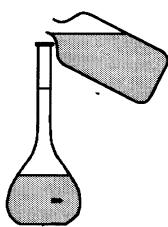
Le bécher ou l'rlenmeyer sont utilisés pour verser momentanément un liquide à prélever. **Ne jamais pipeter directement un liquide dans une bouteille de stockage**, pour éviter tout risque de contamination.

Ces deux éléments de verrerie sont également utilisés pour y réaliser une réaction de titrage. L'avantage de l'rlenmeyer est son col étroit qui limite les risques de projection. Il est donc bien utile lors d'un travail sous agitation. En revanche, le bécher est plus indiqué lorsqu'un thermomètre est utilisé ou que des électrodes plongent dans la solution.

2 Utilisation de la fiole jaugée

Procéder en trois étapes.

- **Remplissage approximatif**

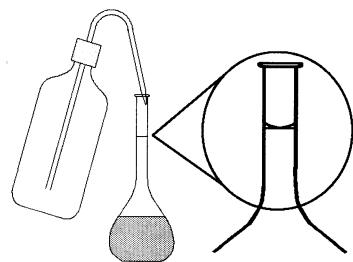


Après avoir transféré quantitativement le soluté dans la fiole, verser de l'eau désionisée jusqu'à la base de la partie cylindrique étroite du ballon jaugé, selon le schéma ci-contre.

En théorie, le col de la bouteille ne doit pas toucher celui de la fiole jaugée, pour éviter toute contamination.

- **Ajustage précis à la jauge**

Appuyer l'embout étroit de la pissette contre le bord supérieur de la fiole (« rodage »), de façon à ce que le liquide s'écoule le long de la paroi de verre. Compléter lentement jusqu'à ce que le bas du ménisque affleure le trait de jauge en utilisant une pissette bien pleine et en amorçant la pissette au-dessus d'un évier (éitant ainsi les projections violentes de liquide). Une pipette Pasteur peut être utilisée à la place de la pissette pour ajouter les dernières gouttes d'une manière plus sûre.



Attention : la fiole doit rester bien verticale.

- **Homogénéisation de la solution**

Cette opération est essentielle afin que la solution soit totalement homogène. Il faut boucher la fiole, tenir le bouchon avec un doigt et retourner la fiole deux ou trois fois en l'agitant.

3 Prélèvement d'une prise aliquote

Une analyse s'effectue plusieurs fois sur des fractions exactement connues et homogènes de la solution : ce sont les **prises aliquotes** prélevées à l'aide d'une pipette jaugée (par exemple, de 20,00 mL). La manipulation se fait de la façon suivante :

- **Préparation de la pipette**

La pipette jaugée doit être parfaitement sèche et propre. Au besoin, laver et rincer la pipette à l'eau désionisée, puis la rincer avec un peu d'acétone et la sécher à l'air comprimé.

- **Enfiler avec prudence la pipette dans le macro-aspirateur**



Tenir la pipette le plus près possible du col, pour éviter de faire contre levier et de la casser!

- **Placer la pipette dans le liquide (versé préalablement dans un bécher ou un erlenmeyer) et aspirer la solution à analyser jusqu'à un niveau se situant à**

~2 cm au-dessus du trait de jauge. Afin de ne pas aspirer le liquide à pipeter dans le macro-aspirateur, il est important de vérifier qu'il reste assez de solution dans le récipient dans lequel on effectue le prélèvement et que la pointe de la pipette trempe assez profondément dans le liquide. *En cas de mauvaise manipulation, si du liquide a été aspiré dans le macro-aspirateur, le signaliser immédiatement à l'assistant(e). Le macro-aspirateur doit être démonté et nettoyé!*

Remarque : seules 4 prises de 20 mL peuvent être effectuées dans un ballon jaugé de 100 mL !

- **Sécher la pointe de la pipette** avec un petit morceau de papier Kleenex, afin d'essuyer l'excédent de solution.
- **Ajuster la pipette au trait de jauge** en laissant s'écouler lentement le liquide excédentaire dans un « bêcher poubelle » et non dans le ballon jaugé contenant la solution à analyser. Attention à la position du ménisque formé par le liquide par rapport au trait de jauge (cf. ajustage du ballon jaugé).
- **Laisser s'écouler le volume prélevé** dans le bêcher ou dans l'rlenmeyer prévu pour le dosage, **sans souffler dans la pipette**. Faire écouler le liquide, appuyer la pointe de la pipette à environ 45° le long de la paroi de verre et attendre encore environ 15 secondes après la fin de la vidange. L'étalonnage de la pipette tient compte du liquide résiduel restant dans la pointe de la pipette. **Ne pas expulser la dernière goutte.**

Précision

La précision du prélèvement est indiquée sur la pipette : $\pm 0,015$ à $\pm 0,030$ mL (erreur absolue). Elle indique à quelle température de l'eau cette mesure sera précise (ex : 20°C).

Remarque : la verrerie de précision est conçue pour des solutions aqueuses. Son utilisation avec des solvants autres, tels que des solvants organiques, dont la viscosité n'est pas la même, ne donnera donc pas de bons résultats.

4 Pesée analytique

Les balances analytiques numériques utilisées ont une précision de $\pm 0,0001$ g ($\pm 0,1$ mg), pour autant que les précautions suivantes soient observées.

• Transport des objets à peser

Les objets à peser seront manipulés à l'aide de pinces brucelles et non avec les doigts. Ils sont immédiatement placés dans un dessiccateur en veillant à ce qu'ils ne soient pas en contact avec le desséchant. Les objets sont transportés dans le dessiccateur.

• Pesée sur la balance analytique

- a) Nettoyer le plateau avec un pinceau, fermer les portes latérales et remettre l'affichage à zéro.
- b) Ouvrir les portes latérales et poser délicatement l'échantillon à peser sur le plateau à l'aide des pinces brucelles.
- c) Fermer les portes latérales, attendre 5 à 10 secondes que la balance se stabilise et noter dans le cahier de laboratoire la masse de l'échantillon à 0,0001 g près.
- d) Sortir l'échantillon à l'aide des pinces brucelles, puis refermer les portes latérales afin d'éviter que de la poussière ne se dépose sur le plateau.

Attention ! Ne jamais peser des objets lorsqu'ils sont encore chauds. Les laisser refroidir suffisamment longtemps dans le dessiccateur.

5 Transfert quantitatif

Après la pesée analytique, il faut s'assurer du transfert quantitatif de la matière dans la fiole jaugée.

La pesée d'un solide se fait dans un sabot de pesée, un verre de montre, ou mieux, un flacon de pesée. Celle d'un liquide dans un erlenmeyer. Tous ces éléments de verrerie sont soigneusement rincés pour entraîner tout ce qui peut rester accroché aux parois et fausser la mesure.

Remarque 1. Il est également possible de peser directement dans la pièce de verrerie où se fera la suite de l'expérience. Pour autant, il faut prendre en compte le volume final (par exemple pour un titrage) pour déterminer la taille du bécher, ou de l'rlenmeyer ; cela représente parfois une tare trop importante pour la balance.

Remarque 2. Peser un liquide est parfois plus précis que prélever un volume donné, en fonction de la verrerie à disposition, des conditions expérimentales (température, pression). Le liquide est alors ajouté goutte à goutte à l'aide d'une pipette pasteur. Il est difficile de contrôler exactement la quantité additionnée.

Remarque 3. Que signifie « peser précisément environ 1 g de produit » ou « peser environ exactement 1 g de produit » ?

Il ne s'agit pas d'obtenir 1,0000 g mais de connaître exactement la masse pesée (ex : 1,0152 g). Cette valeur permet ensuite de recalculer les quantités de matières exactes et donc les concentrations utilisées pour l'expérience.

6 Les dosages volumétriques

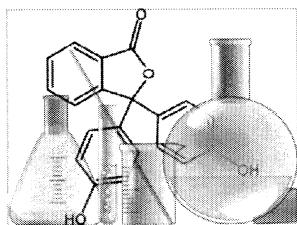
Lors d'un titrage, il faut déterminer la quantité de réactif nécessaire à la transformation quantitative du constituant à doser dans la prise prélevée.

Dans les titrages volumétriques, le réactif est utilisé sous forme d'une solution dont la teneur (le titre) est indiquée par **litre de solution** ; la quantité utilisée est déterminée par mesure du volume. En raison du coefficient de dilatation notable des liquides, le titre varie avec les fluctuations de la température.

La teneur en réactif peut être indiquée de plusieurs façons. Selon les normes du Système International des Unités, il faut indiquer le titre en **moles** de réactif par litre de solution (molarité [mol/L]).

Le titre n'est pas nécessairement identique à la molarité réelle ; en effet, les erreurs des instruments utilisés lors de l'établissement du titre, ainsi que d'autres erreurs systématiques, sont la cause d'un écart entre le titre et la concentration réelle. « Les erreurs systématiques entrent dans le titre », alors que les erreurs aléatoires s'annulent pratiquement pour un nombre suffisant de déterminations. Lorsque le titre est déterminé par titrage, celui-ci doit être fait dans des conditions analogues à celles du dosage à exécuter et en employant les mêmes instruments. En négligeant cette précaution, le risque est d'avoir, sur le résultat final, une erreur dont la valeur dépasse fortement celles normalement admises de quelques pour-milles pour les titrages volumétriques.

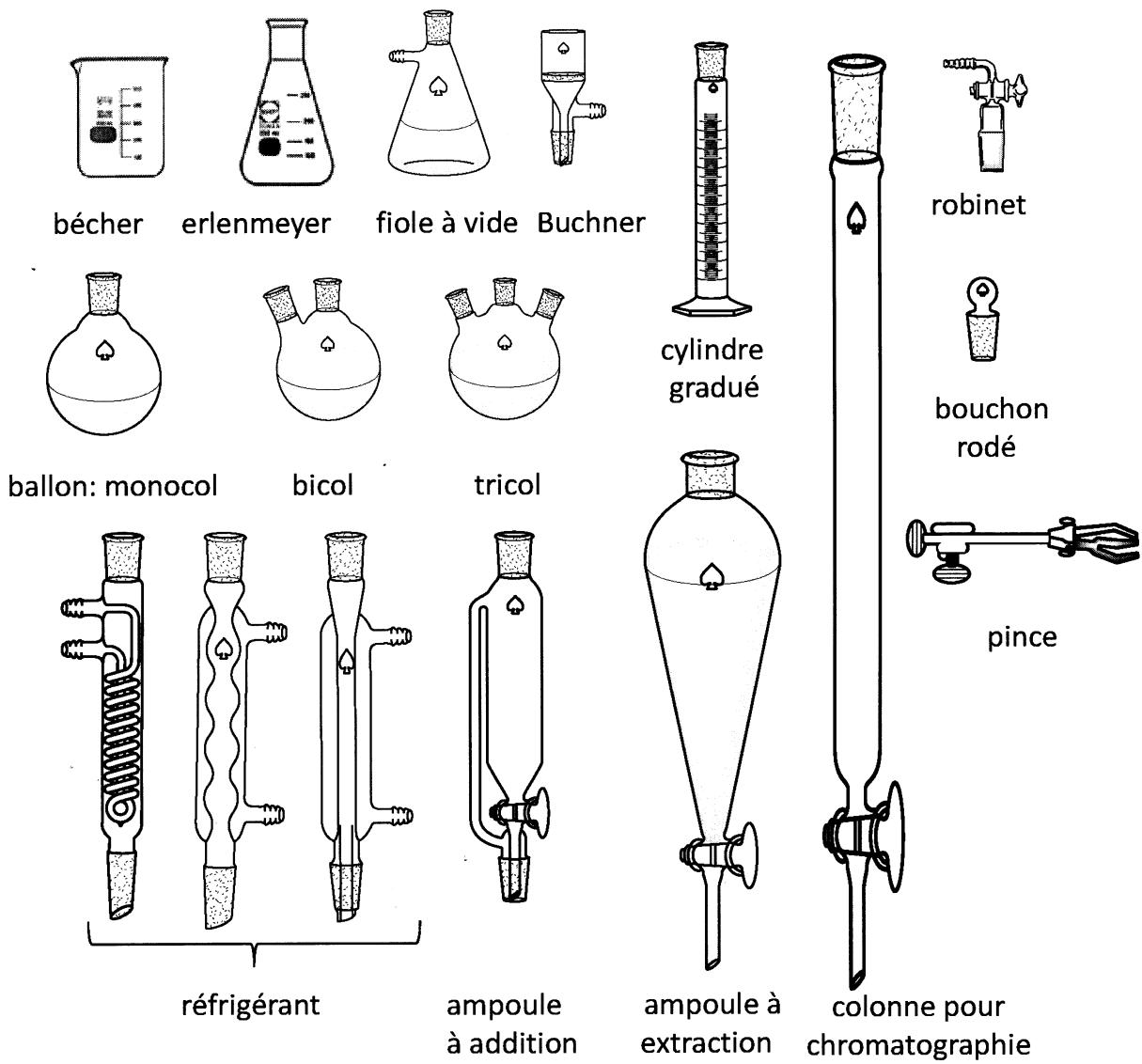
Il est superflu d'ajuster le titre d'une solution à une valeur déterminée (p. ex. 0,1000 M) ; des solutions de titre exactement connu, proche du titre désiré (p. ex. 0,1008 M et non 0,1000 molaire) sont donc utilisées.



TECHNIQUES EXPÉIMENTALES POUR LA SYNTHÈSE ORGANIQUE

1 Verrerie utilisée

Le matériel de laboratoire n'est pas le même que celui qui est utilisé pour la chimie analytique, même si certains éléments restent en commun



2 Comment faire un montage expérimental simple

1/ Les manipulations se font toutes sous chapelle dont la ventilation est mise en route au début de la séance.

2/ L'état de la verrerie et sa propreté doivent toujours être vérifiés avant de commencer une réaction. Il ne faut pas utiliser de verrerie fendue ou ébréchée. Il ne faut pas d'éclat dans le verre ; ceci est particulièrement important pour les manipulations réalisées sous vide !

3/ Le montage est fixé avec une pince, en général au niveau du col du ballon. La fixation doit être suffisamment robuste, mais il ne faut pas trop de points d'attache : il doit toujours y avoir un degré de liberté vertical pour ajuster le montage.

4/ L'usage du réfrigérant est systématique pour une réaction chimique, même si elle se déroule à température ambiante. Le réfrigérant est connecté à un système de refroidissement (circulation d'eau, arrivée par le bas et sortie par le haut).

5/ Le montage ne doit pas être fermé, à cause des risques de surpression. Il existe des moyens pour travailler sous atmosphère inerte.

6/ L'emploi d'un support élévateur (lab-boy) est systématique, il permet d'intervenir rapidement sur le contrôle de la température d'une réaction.

7/ Une plaque chauffante agitatrice équipée d'une sonde pour contrôler la température est utilisée.

8/ L'agitation est de type magnétique, il faut introduire un barreau magnétique -de forme et grandeur adaptées- dans le ballon de réaction.

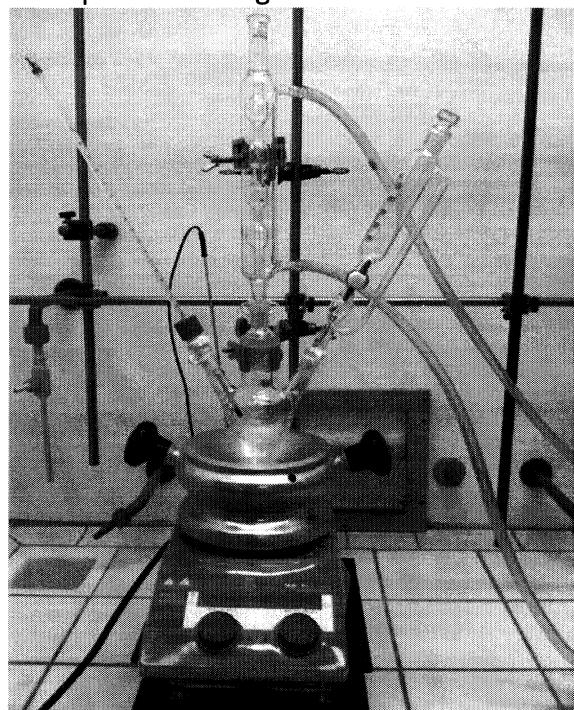
9/ Pour chauffer une réaction, un système de type bain d'huile est utilisé, ou mieux, un DrySyn® (bloc fait d'un alliage métallique qui réagit rapidement et uniformément à la chauffe). Pour un meilleur contact, un morceau d'aluminium peut être mis entre le DrySyn® et le ballon.

10/ La sonde de température est mise au contact du DrySyn® (et par conséquent le contrôle de la température est favorisé par la présence d'une goutte d'huile pour un meilleur contact).

11/ Il est recommandé de contrôler la température interne dans le ballon, à l'aide d'un thermomètre plongé dans le milieu réactionnel. L'usage du ballon bicol (ou du tricol) est alors souhaitable. Il faut veiller à ce que le thermomètre ne soit pas plongé trop bas, car il risquerait d'être cassé au contact du barreau magnétique en mouvement.

12/ L'addition d'un réactif en solution dans le milieu réactionnel se fait généralement à l'aide d'une ampoule à addition, au goutte à goutte.

Exemple de montage:



13/ Le suivi de la réaction s'effectue par un moyen le plus simple possible, idéalement sans avoir à traiter la réaction. La chromatographie sur couche mince est un exemple typique. Cette technique est décrite plus loin. D'autres techniques plus sophistiquées telles que la RMN ou la spectrométrie de masse sont possibles, mais elles sont plus coûteuses et nécessitent un traitement préalable de l'échantillon.

3 Le traitement du brut réactionnel

À la fin de la réaction, le milieu réactionnel contient :

- le solvant
- le produit attendu
- d'éventuels produits secondaires
- les réactifs n'ayant pas tous réagi ou étant introduits en léger excès, etc.

Il faut traiter ce brut réactionnel

- Pour arrêter la réaction, et « quencher » les éventuels réactifs toujours présents. À chaque réaction correspond un protocole donné, il peut par exemple s'agir d'ajouter de l'eau pour hydrolyser ce réactif.
- Pour extraire et purifier le produit d'intérêt.

1/ Le produit d'intérêt est présent sous forme solide → l'isoler par filtration.

Un entonnoir de type Büchner est utilisé. Le solide est ensuite lavé par le solvant (dans lequel il ne doit pas être soluble, un solvant à froid peut parfois être utilisé). Le solide est ensuite séché.

2/ Le produit d'intérêt est présent en solution dans le brut réactionnel → l'isoler par extraction ou par lavage.

En utilisant des mélanges non miscibles tels que le dichlorométhane/eau, éther/eau, acétate d'éthyle/eau, procéder à :

- une extraction liquide/liquide : le produit d'intérêt passe du solvant initial vers un autre solvant.
- un lavage : les autres composés passent dans l'autre solvant (ex : l'eau), le solvant initial contient toujours le produit d'intérêt, sous forme plus pure.

Les phases organiques sont ensuite séchées (en présence d'un desséchant tel que le sulfate de magnésium $MgSO_4$ ou le sulfate de sodium Na_2SO_4).

Le solvant organique est alors éliminé, en utilisant un évaporateur rotatif (rotavap) pour donner un solide ou une huile qui doit encore être purifiée.

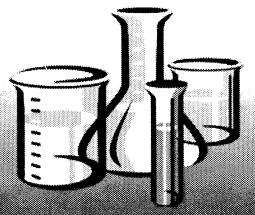
4 La purification du produit

Plusieurs techniques sont utilisables, parmi lesquelles :

- la cristallisation : le produit doit être sous forme solide.
- la distillation : le produit doit être sous forme liquide (une huile).
- la chromatographie : convient quel que soit l'état physique du produit final.

Pour chaque réaction il appartient à l'expérimentateur de déterminer quelle est la méthode de purification la plus appropriée, en fonction de la pureté du produit, de son état physique, de la quantité à traiter, et de l'équipement disponible au laboratoire.

La sécurité au laboratoire de chimie



Avant de débuter le travail pratique au laboratoire, il faut lire attentivement le fascicule relatif aux règles d'hygiène et de sécurité et rendre l'attestation dûment remplie et signée à l'assistant(e). Cette introduction est un complément aux données contenues dans ce fascicule.

1 Introduction

Lors d'un travail dans un laboratoire de chimie préparative, la première préoccupation doit être de repérer les dispositifs de sécurité du local (extincteurs, issues de secours, couverture anti-feu, douchettes rince-œil, sable) et de se munir du matériel de protection individuelle.

Matériel de protection individuelle

- pantalons longs
- chaussures fermées
- blouse en coton
- lunettes de protection
- gants

Dispositifs de sécurité

- Issues de secours : portes donnant sur le couloir et portes donnant sur le balcon. Ne jamais entreposer de matériel devant ces issues.
- Extincteurs à CO₂ : à l'entrée des labos, près de la porte.
- Bacs à sable : à l'entrée des labos, près de la porte et à proximité des chapelles.
- Couvertures anti-feu : au-dessus des éviers se trouvant à l'entrée des labos.
- Rince-œil : dispositif spécial installé près des portes.

Prendre connaissance de l'expérience à réaliser

Garder en tête que le matériel et les produits utilisés peuvent être dangereux. Avant de commencer n'importe quelle expérience, lire soigneusement le mode opératoire ainsi que les données fournies. Si nécessaire, consulter les livres indiqués pour connaître la toxicité des substances utilisées.

Quelques bons réflexes importants

Ne jamais mettre les mains dans un produit ou une solution. Au besoin, utiliser des gants, mais à bon escient et pour autant qu'ils soient adaptés (consulter le tableau des comptabilités des gants pour les différentes classes de produits chimiques disponible sur <http://sst.epfl.ch/guide-gants>).

S'il arrive de recevoir un produit sur la peau ou même sur les habits, laver immédiatement avec beaucoup d'eau et du savon. Noter la date et le nom du produit ayant causé la souillure et avertir l'assistant(e) qui donnera éventuellement des indications supplémentaires. Si nécessaire, consulter un médecin.

Si c'est l'œil qui est atteint, le laver abondamment avec le système de rince-œil installé dans chaque laboratoire, puis se faire mener à l'hôpital ophtalmologique. Rappel : le port de verres de contact est interdit au laboratoire.

Gestion des substances chimiques

Réaliser dans la chapelle toute réaction mettant en jeu des composés chimiques (réactifs, solvants).

Les déchets ne doivent en aucun cas être éliminés dans les éviers.

Ne jamais stocker des déchets contenant des substances très réactives sans les avoir auparavant rendues inoffensives selon des protocoles connus. La récupération et le traitement des déchets est donc primordial.

Les solides sont récupérés dans des récipients spéciaux après destruction des substances très réactives.

Les solvants sont récupérés dans les bidons prévus à cet usage et étiquetés selon la législation en vigueur : bidon bleu pour les solvants usagés halogénés (sauf iodés), bidon jaune pour les solvants usés non halogénés, bidon spécial pour la récupération des acides forts, etc. Les résidus métalliques en poudre et plus particulièrement les catalyseurs d'hydrogénéation doivent être jetés dans un flacon spécial contenant de l'eau. Veiller au strict respect de ces consignes.

Incidents pouvant se produire

En cas d'incendie, réfléchir avant d'agir ! Ne pas jeter d'eau sur de l'huile enflammée mais l'étouffer en couvrant le récipient, ou bien utiliser l'extincteur à CO₂ (en principe, les bains d'huile ne sont plus en usage au laboratoire, ils ont été remplacés par des système DrySyn®). En revanche, ne pas employer de CO₂ et encore moins de l'eau sur un feu de métal : Na, Li, Mg, etc., mais l'étouffez avec du sable. **Si un camarade venait à renverser sur lui un solvant enflammé, l'empêcher de courir en tous sens et le passer sous la douche ou l'enrober d'une couverture anti-feu.** Signaler à l'assistant(e) tout usage d'un **extincteur** afin qu'il puisse être **remplacé**. Être toujours prêt à faire face à une situation dangereuse en sachant où se trouvent les extincteurs, les douches, les sorties de secours et l'ensemble du matériel de sécurité.

2 Substances ou mélanges explosifs ou potentiellement explosifs

Cette liste n'est pas exhaustive :

- peroxydes
- nitrates
- perchlorates
- composés diazo
- toute réaction ou opération mettant en jeu des réactifs qui peuvent polymériser d'un coup. Par exemple : distillation du produit obtenu par une condensation de Michael sur l'acroléine.
- tout oxydant (CrO₃, K₂Cr₂O₇, KClO₄, KMnO₄, HNO₃, etc.) mis en contact avec une substance organique pure.

Sont incompatibles et ne doivent pas être mis en contact :

- **métaux alcalins** avec de l'eau, du CO₂, du tetrachlorure de carbone et autres hydrocarbures chlorés
- **acide acétique** avec l'acide chromique, l'acide nitrique, l'acide perchlorique, les peroxydes et permanganates, l'éthylène et autres composés hydroxylés
- **acétone** avec un mélange sulfonitrique concentré
- **acétylène** avec du cuivre, les halogènes, l'argent, le mercure et leurs composés
- **ammoniac anhydre** avec le mercure, les halogènes, l'hypochlorite de calcium, HF
- **nitrate d'ammonium** avec les acides, les poudres métalliques, les liquides inflammables les chlorates et nitrates, le soufre et toutes les matières organiques ou combustibles finement divisées
- **aniline** avec l'acide nitrique et l'eau oxygénée
- **chlore, brome et iodé** avec l'ammoniac, l'acétylène, le butadiène, le butane, l'hydrogène, le carbure de calcium, la téribenthine et les métaux finement divisés
- **chlorates** avec les sels d'ammonium, les acides, les poudres métalliques, le soufre,

les substances organiques ou combustibles finement divisées, le charbon

- **acide chromique** avec l'acide acétique, la naphthaline, le camphre, l'alcool, la glycérine, la térébenthine et autres liquides inflammables

- **cyanures** avec les acides

- **eau oxygénée** avec le cuivre, le chrome, le fer et la plupart des métaux et leurs sels, les liquides inflammables et autres matériaux combustibles, l'aniline et le nitrométhane

- **sulfure d'hydrogène** avec l'acide nitrique et les gaz oxydants

- **hydrocarbures** avec le fluore, le chlore, le brome, l'acide chromique et le peroxyde de sodium

- **iode** avec l'acétylène, l'ammoniac, etc.

- **mercure** avec l'acétylène, l'acide fulminique l'hydrogène

- **acide nitrique** avec les acides acétiques, chromiques et cyanhydriques, l'aniline, le charbon, le sulfure d'hydrogène, le méthanol, l'éthanol, les matériaux inflammables et tous les matériaux qui se nitrent facilement

- **oxygène** avec les huiles et graisses, l'hydrogène, les liquides, les solides et gaz inflammables

- **acide oxalique** avec l'argent et le mercure

- **acide perchlorique** avec l'anhydride acétique, le bismuth et ses alliages, l'alcool, le papier, le bois et autres matériaux organiques

- **pentoxyde de phosphore** avec l'eau

- **permanganate de potassium** avec la glycérine, l'éthylène glycol, le benzaldéhyde et l'acide sulfurique

- **peroxyde de sodium** avec n'importe quelle substance oxydable comme par exemple le méthanol, l'acide acétique glacial, l'anhydride acétique, le benzaldéhyde, le sulfure de carbone, la glycérine l'éthylène glycol, l'acétate d'éthyle, le furfural etc.

3 Substances toxiques ou irritantes

NE PAS RESPIRER LES VAPEURS

TRAVAILLER DANS LA CHAPELLE

NE JAMAIS ABANDONNER UN FLACON OUVERT

- halogénures d'alcanes

- **benzène**

- sulfure de carbone

- **sulfate de diméthyle**

- aniline et autres amines aromatiques

- **diazomethane** et autres diazoalcanes

- chlorures et anhydrides d'acides

- acroléine

- cyanures et la plupart des nitriles

- halogénures et oxyhalogénures de phosphore

- phosphines et arsines

- diborane

- oléum et acide chlorosulfonique

- AlCl_3 , SbCl_2 , HCl , HBr , HF , H_2S , HCN , Br_2 , Cl_2

- **mercure** : faire très attention de ne pas en répandre. Ramasser 100 % de ce qui aurait été renversé, détruire le reste en l'amalgamant avec du soufre ou de la poudre de zinc par exemple.

Substances fortement caustiques pour les muqueuses et les yeux :

- acides et bases organiques et minéraux (même Na_2CO_3)

- Br_2

- H_2O_2

- composés nitroso

- uréthanes

- phénol

Attention avec le **diméthylsulfoxyde** (DMSO) : il n'est pas toxique en soi, mais pénètre à travers la peau en entraînant les produits dissous (effet de seringue)

4 Références

Cette liste ne prétend pas être exhaustive. Elle ne donne que les cas les plus courants.

Pour avoir plus de renseignements, consulter :

- N.V. Steere - *Handbook of Laboratory Safety*, 2^e éd. 1971, The Chemical Rubber Co, Cleveland, Ohio
- N.I. Sax - *Dangerous Properties of Industrial Materials*, 3^e éd, 1966, Reinhold Publishing Co, New York, Amsterdam, London
- Organikum

5 Dangers du feu

1. Si un réactif prend feu, éloigner les produits inflammables. Faire attention à ne pas disperser les flammes.
2. Si le feu prend dans un erlenmeyer ou un bécher, l'étouffer avec une plaque de verre ou un plus grand bécher.
3. Ne jamais utiliser un extincteur à CO₂, pour des feux de métaux alcalins ou d'organométalliques, mais uniquement du sable.

Les brûlures par le feu ou les produits chimiques

1. Empêcher les personnes dont les habits sont en feu de courir, les mettre sous la douche ou rouler l'accidenté par terre pour éteindre les flammes ou encore l'envelopper dans une couverture.
2. Si la zone brûlée est importante, enlever les habits contaminés.
3. Faire couler de l'eau froide sur l'endroit touché.
4. Si les yeux sont atteints, laver abondamment avec de l'eau. Si nécessaire, coucher la personne et verser de l'eau sur ses yeux ouverts.
5. Toujours avertir un(e) assistant(e) au moment de l'accident qui décidera alors si les soins médicaux s'avèrent nécessaires.

6 Règles du laboratoire chimique

1. **Toujours** porter les lunettes de protection. Les lunettes médicales ne sont pas des lunettes de protection : mettre des sur-lunettes par-dessus. Ne jamais porter de verres de contact dans le labo.
2. Connaître la place de l'extincteur, du sable, de la douche, de la couverture et de la sortie de secours la plus proche.
3. Dans le laboratoire ne porter que des chaussures qui protègent entièrement les pieds, pas de sandales.
4. Ne pas manger, ne pas boire, ne pas fumer dans le labo.
5. Tous les produits chimiques pouvant être dangereux, connaître les réactifs et les solvants (toxicité, inflammabilité, manière de s'en débarrasser, etc.) **avant** de les employer. Manipuler prudemment tous les produits chimiques. Nettoyer tout de suite les produits répandus. Ne jamais inhale les solvants (p. ex. le benzène est cancérogène). Ne jamais mélanger des substances qui forment des mélanges explosifs (p. ex. acide nitrique avec les alcools, les hydrocarbures chlorés avec les métaux alcalins, les oxydants avec les substances organiques, etc.).
6. Ne jamais chauffer de mélange organique en laissant les vapeurs s'échapper. La présence d'un réfrigérant est obligatoire.
7. Ne jamais chauffer un mélange organique avec une flamme. Pour plus de sécurité, utiliser un bain d'huile intermédiaire.
8. Avant de chauffer un appareil, vérifier si une sortie reste ouverte pour permettre l'expansion de gaz.
9. Avant de verser ou filtrer un solvant organique inflammable, vérifier qu'il n'y a pas de flamme ou d'appareils de chauffage électriques (plaque chauffante, calotte chauffante, etc.) dans le voisinage. L'éther et l'éther de pétrole sont particulièrement inflammables. Travailler donc avec eux dans une chapelle exempte de dangers

d'amorçage. Tout brûleur à gaz doit être éteint et tout appareil électrique déconnecté dès qu'on ne l'utilise plus.

10. Avant de porter une solution à ébullition, y mettre des pierres à distiller ou un agitateur. Si l'ébullition s'arrête, il faut laisser refroidir le mélange avant d'ajouter à nouveau des pierres à distiller. Si, au cours d'une recristallisation, un agent adsorbant est ajouté (p. ex. charbon actif) dans une solution surchauffée un jaillissement de liquide sera provoqué, dû au retard d'ébullition.

11. Ne pas exposer des éthers à l'action conjointe de l'atmosphère et de la lumière. Ils risquent de former des peroxydes, fortement explosifs.

12. Avant de chauffer un bain d'huile à plus de 100°C, s'assurer qu'il n'y ait pas d'eau ou d'autres substances dans l'huile. Enlever l'eau en chauffant le bain un peu au-dessus de 100°C et en agitant prudemment avec une baguette en verre ou un agitateur. Lorsque le bain est contaminé par des produits chimiques, changer l'huile. L'usage des DrySyn® est largement recommandé, il évite tous ces inconvénients

13. Les récipients à fond plat sont peu résistants sous vide (p. ex. erlenmeyer). Mettre sous vide uniquement des récipients appropriés (p. ex. ballons, tubes de Schlenk, fioles à vide) en parfait état. Les brèches, raies et étoiles peuvent provoquer des implosions.

14. Travailier avec les appareillages sous vide dans la chapelle. Se protéger en baissant l'écran (la vitre) de la chapelle. Un dessiccateur peut se briser (avec comme résultat un dangereux éclatement s'il est placé trop brusquement sur la table ou si ses parties rodées n'ont pas été nettoyées soigneusement. Immédiatement le refermer après l'avoir regraissé.

15. Pour enfiler un tube de verre ou un thermomètre dans un bouchon, l'humecter avec de l'eau ou de la glycérine.

Toujours se protéger les mains avec des chiffons lors de la manipulation des tubes ou tiges de verre. Tenir ces tubes le plus près possible du tube caoutchouc (ou du bouchon) pour éviter les coupures profondes en cas de bris.

16. Ne jamais jeter le sodium, le potassium ou d'autres substances très réactives à la poubelle ou dans l'évier. Pour les méthodes de destruction des substances très réactives, voir le polycopié distribué.

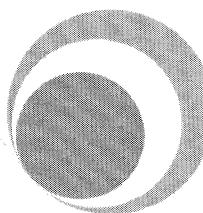
7 Où trouver les informations sur la sécurité ?

- 1) Dans les catalogues des fournisseurs de produits chimiques
- 2) Dans les livres dédiés à la sécurité, voir par exemple « Hazards in the Chemical Laboratory », L. Bretherick
- 3) Sur Internet (par ex : <http://ccd.chemexper.com>)
Il faut rechercher les codes **Hazard, Risk and Safety**
- 4) Sur le site de l'EPFL de la sécurité et de la santé au travail <http://sb-sst.epfl.ch/> et notamment en consultant le livret de sécurité en ligne et dont une copie est présente dans chaque laboratoire



Faculté des sciences de base
Sécurité et santé au travail

Livret de sécurité



School of Basic Sciences
Occupational Health and safety

Safety Manual



© SB-SST 2009

Annexe : Les principaux symboles graphiques de danger utilisés pour les produits chimiques

Dangers physiques			
Explosif		Inflammable	
Corrosif		Gaz comprimé, liquéfié, dissout	
Dangers pour la santé			
Dangers aigus élevés		Danger chronique ou aigu moyen	
Toxique		Corrosif pour la peau, les yeux	
Danger pour l'environnement			
Danger chronique		CMRi), STOT ii)	
élevé		danger par aspiration	
Milieu aquatique			

NOTE: Les concentrations et les quantités de produits chimiques utilisés dans le cadre de ces travaux pratiques ont été choisis de manière à minimiser tout problème potentiel lié à leur toxicité