

516.147

ILEANA ȘERBAN

MIRELA CĂLINESCU

TRAVAUX PRATIQUES DE CHIMIE GÉNÉRALE

EDITURA UNIVERSITĂȚII DIN BUCUREȘTI
1998



BIBLIOTECA CENTRALA
UNIVERSITARA
București

Cota IV 516.147
Inventar C. 19990.1393

ILEANA ȘERBAN

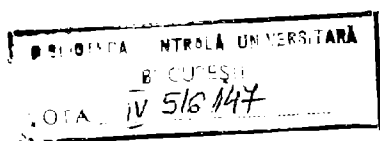
MIRELA CĂLINESCU

Cahier de
**TRAVAUX PRATIQUES
DE CHIMIE GÉNÉRALE**

(pour les étudiants de la I-ère année)

EDITURA UNIVERSITĂȚII DIN BUCUREȘTI
1998

Referenți științifici: Prof. dr. MARIUS ANDRUH
Prof. dr. MARIA NEGOTIU



132 /
99

B.C.U. București



C199901393

© Editura Universității din București
Șos. Panduri, 90-92, București - 76235; Telefon/Fax 410.23.84

ISBN - 973 - 575 - 291 - 3

1. NORMES DE SÉCURITÉ DANS LE LABORATOIRE CHIMIQUE

1.1. Organisation d'un laboratoire de chimie

Un laboratoire de chimie doit être organisé de telle manière qu'on assure toutes les conditions optimales pour l'exécutant.

Pour cela, le laboratoire doit être sec et lumineux et prévu des:

- sources électriques amplantées dans plusieurs lieux;
- fenêtres larges, s'ouvrant vers l'extérieur;
- évier et robinets confectionnés en matériaux résistants aux réactifs chimiques, ainsi que les paillasses;
- hotte éclairée et visible qui assure la purge de l'air et où on exécute les expériences dangereuses;
- sources de gaz, d'eau et du courant électrique à chaque paillasse;
- trousse sanitaire ayant le minimum de médicaments et d'accessoires pour assurer l'intervention en cas d'accidents.

1.2. Normes générales de sécurité dans le laboratoire chimique

L'activité dans un laboratoire chimique présente de divers dangers. En outre des accidents de nature mécanique et électrique, beaucoup d'accidents de nature chimique (brûlures, empoisonnements, explosions) peuvent se produire. Pour éviter ces possibles accidents, il faut respecter quelques règles de sécurité:

- Il est interdit de travailler seul dans le laboratoire. Les étudiants peuvent travailler seulement en présence du maître de laboratoire.
- Tous les étudiants doivent porter une blouse, pour protéger la peau et les vêtements contre les éventuelles brûlures.

-Chaque étudiant doit avoir permanent dans la poche de sa blouse une boîte d'allumettes et un torchon. Il est interdit d'allumer les becs à gaz avec des morceaux de papier.

-Respecter strictement les indications comprises dans les rapports des travaux pratiques (la succession des réactifs, les quantités indiquées, le montage expérimental donné).

-Maintenir la paillasse en état de parfaite propreté; la nettoyer immédiatement dès qu'elle a été salie.

-N'utiliser que de vases très propres; laver la verrerie avant de commencer l'expérience. Les possibles impuretés peuvent conduire à des résultats erronés ou même produire des réactions imprévues.

-N'utiliser que de réactifs contenus dans des flacons qui portent de l'étiquette.

-Quand on veut verser un liquide contenu dans un flacon, verser toujours le liquide du côté opposé à l'étiquette. Quand le prélèvement du liquide est terminé, reboucher immédiatement le flacon. Si une goutte de liquide tend à couler à l'extérieur, l'essuyer à l'aide d'un papier filtre.

-Chauffer avec précaution les vases en verre; le chauffage des récipients ou n'importe quel vase en verre ne se fait pas directement dans la flamme, mais sur des bains (d'eau, d'huile, de sable ou d'air).

-Lors du chauffage d'un tube à essai, tenir-le légèrement incliné et agiter doucement afin d'éviter les projections. Tourner toujours l'orifice vers un côté où il n'y a personne.

-Ne pas utiliser de substances inflammables à proximité d'une flamme. Le chauffage d'un vase contenant un liquide inflammable sera fait seulement à l'aide d'un système électrique.

-Quand une réaction dégage des produits désagréables à respirer, opérer si possible sous la hotte. Les acides minéraux concentrés seront manipulés seulement sous la hotte.

-Garder les mains très propres; ne pas manger dans le laboratoire ou avant de laver les mains.

-Ne pas utiliser les vases de laboratoire pour boire de l'eau.

-Il est interdit de fumer dans la salle de travaux pratiques.

-Il est interdit de goûter aux substances chimiques et de se pencher au-dessus des vases ouverts. Pour sentir les substances, amener la vapeur vers soi à l'aide de la main.

-Tous les appareils doivent être vérifiés au point de vue étanchéité et les fuites possibles recherchées avant de commencer l'expérience.

-Ne pas abandonner un appareil ou une installation en fonction. Avertir immédiatement le personnel du laboratoire de tout incident.

-L'expérience une fois terminée, désassembler et nettoyer l'installation; fermer les sources de gaz, de courant électrique et d'eau.

-Verser les solvants et les résidus dans des flacons de récupération; lorsqu'un liquide organique est versé accidentellement à l'évier, faire couler de l'eau en abondance.

1.3.Réactifs chimiques et leur manipulation

On entend par réactif chimique toute substance utilisée dans un laboratoire de chimie. D'après le danger qu'ils présentent, les réactifs chimiques peuvent être divisés en:

-réactifs toxiques;

-réactifs caustiques;

-réactifs inflammables;

-réactifs explosifs;

-réactifs radioactifs.

Les réactifs toxiques sont les substances qui, en pénétrant dans l'organisme, provoquent des troubles des fonctions vitales et aussi des intoxications.

D'après leur concentration, les réactifs toxiques peuvent provoquer des intoxications aiguës et chroniques.

Les intoxications aiguës (accidents de travail) se produisent lorsque les substances chimiques sont ingérées pendant un intervalle court de temps et en grande quantité. Elles sont caractérisées par des troubles intenses et immédiates de l'organisme.

Les intoxications chroniques sont dues à la pénétration dans l'organisme de petites quantités de substances dans un intervalle assez long de temps. La substance ingérée s'accumule et provoque des troubles de longue durée.

Les réactifs toxiques pénètrent dans l'organisme par trois voies:

- par voie respiratoire;
- à travers la peau;
- par l'appareil digestif.

La pénétration par voie respiratoire constitue le cas le plus fréquent d'intoxications dans un laboratoire de chimie. Se sont les substances sous forme de gaz, de vapeur, de fumée, d'aérosols, de poussière.

Les substances liquides pénètrent d'habitude à travers la peau. L'ingestion des réactifs chimiques se produit assez rarement, par mégarde (par exemple, si l'on introduit la substance dans la bouche avec les aliments).

Les réactifs toxiques les plus connus sont: les cyanures alcalins, l'arsenic et ses composés, le mercure et ses composés, le phénol, les

crésols, les sels de baryum solubles, les composés du plomb, le sulfure de carbone, l'ammoniac etc.

Les réactifs caustiques en contact avec la peau provoquent des brûlures chimiques. Ces brûlures se caractérisent par des plaies de l'épiderme et du tissu conjonctif. Elles sont de diverses intensités d'après la nature, la concentration et la durée du contact du réactif avec la peau.

En contact avec le tissu, les réactifs caustiques provoquent la déshydratation et la dégradation des protéines cellulaires.

À cause du dégagement de la chaleur il y a aussi des brûlures thermiques.

Exemples des réactifs caustiques: les acides (nitrique, sulfurique, chlorhydrique, fluorhydrique), l'ammoniaque concentré, le nitrate d'argent, les hydroxydes alcalins, le brome etc.

Les réactifs inflammables sont ceux qui atteignent facilement le point d'inflammation qui représente la température minimale où la vapeur d'une substance forme avec l'air un mélange inflammable.

D'après leur point d'inflammation, les réactifs inflammables sont groupés en:

- des liquides inflammables, $P_i < 28^{\circ}\text{C}$ (benzène, éther, sulfure de carbone, acétone);

- des liquides aisément inflammables, $28^{\circ}\text{C} < P_i < 45^{\circ}\text{C}$ (pétrole, térébentine, alcool méthylique etc).

- des liquides combustibles $P_i > 45^{\circ}\text{C}$ (phénols, aniline, des acides gras etc).

Le phosphore blanc, le sodium, le potassium, le magnésium, l'aluminium en poudre, présentent aussi le danger d'inflammation.

Les réactifs explosifs sont ceux qui peuvent se décomposer aisément en libérant des gaz qui produisent l'explosion. De telles substances sont:

l'acide perchlorique, l'acide picrique, les nitrodérivates, les peroxydes etc.

Il y a aussi des mélanges des substances qui réagissent entre elles avec explosion.

Manipulation des réactifs chimiques

Toute personne qui travaille dans un laboratoire de chimie doit tenir compte de certaines précautions de sécurité pour éviter les accidents ou les situations imprévues.

-Il est défendu de garder dans le laboratoire de grandes quantités de réactifs chimiques. Les réserves soient déposées dans des endroits spécialement aménagés ou il faut exister des listes contenant toutes les substances existantes, aussi que leurs utilisations.

-Pour les réactifs très dangereux, il est obligatoire d'exister sur les flacons le signe conventionnel d'avertissement.

-La manipulation des gaz, des vapeurs toxiques, des réactifs qui fument à l'air (acides, ammoniac, par exemple) ne se fait que sous hotte.

-Les résidus de réactifs chimiques sont éliminés dans des éviers spéciaux, résistants aux réactifs chimiques et prévus de ventilation.

-Le mélange de réactifs solides surtout de ceux qui peuvent exploser se fait avec précautions en utilisant, s'il est possible, un équipement de protection (des glasses, des gantes, des blouses).

-S'il y a danger de projections de liquides corrosifs, de corps enflammés, rappelons qu'il ne faut jamais:

-verser de l'eau dans l'acide sulfurique concentré, mais introduire doucement, en le faisant couler sur le bord du récipient, l'acide dans l'eau;

-verser de l'ammoniaque dans un liquide chaud;

-retourner un tube, surtout contenant des liquides chauds ou dégageant de la chaleur par réaction, en le fermant avec la pousse.
L'agitation d'un mélange se fait en tapotant et secouant doucement le tube;

-manipuler du potassium ou du sodium en présence de l'eau. On les garde dans l'huile de naphte (voir leur manipulation au phosphore). Se méfier surtout des restes de ces métaux plus au moins oxydés restant dans les flacons et qui détonent par l'eau;

-faire sortir du phosphore de l'eau beaucoup avant du moment de l'emploi. Couper-le sous l'eau. Quand on a un morceau de dimensions convenables pour l'expérience, le prendre rapidement avec une pince (ne jamais le saisir avec les doigts); on le sèche sommairement sur le papier filtre et le place dans le récipient;

-renverser du mercure sur la table à expériences. Il roule partout jusque y compris à terre; d'où pertes et dégagement de vapeurs toxiques;

-laisser aussi couler du mercure dans les éviers (ni de solutions de sels de mercure); sinon le mercure s'amalgame avec le plomb du siphon de l'évier. Cet amalgame très fusible donne un trou rapidement.

– S'il y a dégagement des gaz nauséabonds ou nocifs, il faut passer ces gaz dans un ou plusieurs barboteurs contenant une solution absorbante. Finalement, le gaz de purge peut être éjecté dans l'atmosphère, si l'élimination du produit nocif est totale, ou envoyé sous une hotte tirant bien.

...l'exécutant doit vérifier avant de commencer une expérience, l'étanchéité des appareils.

1.4. Premiers soins en cas d'accidents ou d'empoisonnements

Il reste entendu que, dans les cas graves, et aussi dans le cas d'atteinte aux yeux, il faut envoyer ou faire transporter le blessé à l'hôpital, ou voir un oculiste.

Pour les intoxications par chlore, oxyde de carbone, phosgène, faire transporter le malade couché.

Si l'on veut utiliser les remèdes indiqués, il va de soi qu'il faut les appliquer immédiatement. Ceci suppose l'utilisation des solutions et des produits qui se trouvent dans la petite pharmacie d'urgence de laboratoire.

Brûlures

Brûlures superficielles 1^{er} degré par un corps chaud. Plonger la partie brûlée dans une solution d'acide picrique, cinq minutes. Administrer au malade des liquides rafraîchissants (thé, eau, limonade).

Brûlures plus graves (2^e ou 3^e degré). Il faudrait désinfecter la plaie et appliquer pansement avec solution de tanin 5%. Ne pas mettre de corps gras dans ce cas. Le malade doit être transporté d'urgence à l'hôpital.

Brûlures par des acides ou projections acides. Plonger immédiatement la main ou la partie atteinte dans un baquet plein d'eau (sans employer de mouchoir et sans frotter, surtout dans le cas d'acide sulfurique concentré). Laver la brûlure avec une solution bicarbonatée; rincer à l'eau pure; utiliser alors une graisse spéciale.

Brûlures acides dans la bouche. Se gargariser avec une solution bicarbonatée.

Brûlures acides dans l'estomac. Absorber magnésie calcinée en suspension dans 15 ou 20 fois son poids d'eau (éviter bicarbonate).

Brûlures acides dans les yeux. Se faire envoyer dans l'oeil avec une pissette, un jet d'eau; puis jet d'eau bicarbonatée. Voir oculiste le plus vite possible.

Brûlures par les alcalis ou projections alcalines (potasse ou soude en solution ou fondue, ammoniacque). Même traitement; mais la neutralisation se fait par acide acétique dilué 10 fois ou par acide borique.'

Pour la bouche: jus de citron ou eau vinaigrée (environ 5‰)

Pour les yeux: sérum physiologique. Rincer à l'eau pure.

Brûlures par le brome. Le brome est un liquide brun-rougâtre, désagréable et dangereux à respirer; éviter donc d'en répandre les vapeurs dans la salle. Faire attention de ne pas recevoir le brome liquide sur les mains. Les brûlures par le brome sont toujours très graves.

En cas d'inhalation, inspirer ou même boire de l'alcool éthylique.

En cas des brûlures, éliminer le brome aussi vite possible par lavage à l'éther; neutraliser par magnésie ou bicarbonate ou thiosulfate de sodium.

Brûlures par le phosphore blanc. Le phosphore blanc a deux propriétés fondamentales qui indiquent les précautions à prendre:

- inflammabilité à l'air;
- toxicité;

C'est pourquoi il faut conserver le phosphore blanc dans des flacons bien bouchés remplis d'eau, de façon que les bâtons de phosphore soient toujours complètement immergés. Les flacons seront conservés à l'abri de la lumière. Faire autant que possible les manipulations du phosphore sous l'eau; si l'on a, par exemple, à découper du phosphore, le placer dans un récipient tel qu'un cristalliseur en verre épais ou un mortier, le recouvrir d'eau, le découper avec un couteau en évitant de faire sauter des particules de phosphore au dehors; le phosphore non fraîchement fondu est dur à couper; aussi éviter les récipients en verre mince que l'on peut briser au moment du sectionnement avec le couteau. Manipuler le phosphore avec une pince et non avec les doigts. Le phosphore brûle à l'air, en projetant des particules enflammées; protéger les yeux!

Le phosphore est toxique, mais c'est surtout la vapeur qui agit et l'intoxication ne se fait généralement que lentement.

Très important! L'intoxication peut se faire par des brûlures, parce que le phosphore reste dans la plaie et ronge jusqu'à l'os.

Après une brûlure au phosphore, laver la plaie au sulfure de carbone à l'aide d'un pinceau doux, ou encore avec de l'eau de Javel diluée, ou sulfate de cuivre en solution. Pas de corps gras. Utiliser du sérum physiologique.

Pour éviter tout accident ultérieur, récupérer toujours les petits morceaux de phosphore après la manipulation.

Incendies

Si les vêtements prennent feu, aller sous la douche. Surtout éviter de courir. Se coucher à terre; s'envelopper dans une couverture ou un manteau. S'il est nécessaire utiliser l'extincteur.

Pour éteindre un liquide enflammé, diriger le jet de l'extincteur sur la paroi du récipient au-dessus du niveau du liquide et non dans le liquide même.

Coupures

Désinfecter la plaie à l'éther, eau oxygénée, avant pansement pour les plaies superficielles et arrêter l'hémorragie avec chlorure ferrique.

Comme hémostatique, utiliser l'antipyrine en solution 20%.

Coupures à forte hémorragie: immobiliser la partie atteinte et exercer une légère compression au moyen du pansement. Transporter le blessé à l'hôpital.

Empoisonnements

Poisons gazeux.

L'ammoniac est un gaz léger et très soluble dans l'eau. Il est désagréable à respirer (odeur irritante). En cas d'inhalation, inspirer d'acide acétique; boire jus de citron ou vinaigre dilué.

Le chlore est un gaz jaune-verdâtre, d'odeur spécifique, suffocant. Il est plus lourd que l'air, c'est pourquoi il s'accumule en bas et l'aérage est très difficile. En cas d'inhalation, respirer avec précaution de l'air purifié

d'un peu d'hydrogène sulfuré; repos absolu dans une chambre bien chauffée; boire de solution de bicarbonate de sodium.

L'iode est un solide noir-violet à température ordinaire. Il sublime. En cas d'inhalation inspirer d'une solution de nitrite d'amyle. S'il y a intoxication, boire d'empois d'amidon, puis prendre un vomitif.

Vapeurs acides: respirer avec précaution ammoniacque; boire magnésie. S'aérer.

L'hydrogène sulfuré est un gaz lourd, nauséabond et dangereux à respirer. En cas d'inhalation, s'aérer.

Oxyde de carbone et phosgène: respiration d'oxygène pur sous pression.

Poisons par voie bucale

Le principe du premier soin pour anihiler l'action du poison est de le transformer dans un composé insoluble en absorbant un autre composé, lui-même non dangereux. En plus, faire vomir.

Exemples:

Nitrate d'argent: chlorure de sodium dans l'eau.

Sels solubles de baryum et de plomb: solution de sulfate de sodium.

Chlorure mercureux: eau sulfureuse; vomitifs; eau albumineuse.

Acide arsénieux: hydroxyde ferrique fraîchement préparé; à défaut, magnésie en suspension dans l'eau.

Acide oxalique: eau de chaux.

Sels de zinc: solution de tanin 3%

Cyanure de potassium: vomitifs; mélange de sulfate de fer (30 g) et carbonate de sodium (30 g) dans l'eau. Inhalations d'ammoniacque ou chlorure d'éthyle.

2. VASES ET USTENSILES DE LABORATOIRE

Les ustensiles en verre ont la plus grande importance dans les travaux pratiques en chimie. On utilise également ceux en porcelaine, quartz, fer, argent, platine, bois.

Le verre peut être de composition diverse. Pas toutes les sortes de verre conviennent aux travaux pratiques.

Le verre ordinaire est un mélange de silicates de calcium et de sodium, obtenu en fondant ensemble du sable blanc, du sulfate et du carbonate de sodium et du carbonate de calcium.

La meilleure espèce est le verre réfractaire qui se distingue par un coefficient de dilatation thermique relativement réduit, par une haute température de ramolissement et une grande stabilité chimique. Bien que les verres réfractaires et les autres catégories de verre résistent mieux à l'action destructive des diverses solutions que le verre ordinaire, toutefois l'eau chaude et surtout les solutions alcalines agissent sur le verre.

Dans le tableau ci-dessous est donnée la composition de quelques sortes de verre utilisées fréquemment dans les laboratoires de chimie.

Verre	SiO ₂ %	B ₂ O ₃ %	Al ₂ O ₃ %	Na ₂ O %	K ₂ O %	CaO %	MgO %	ZnO %
Iena	76,0	16,0	1,7	5,4	0,6	0,2	-	-
Pyrex	81,0	12,0	2,0	4,5	-	0,5	-	-
Vycor	92,0	4,0	-	1,0	-	-	-	-
Pyrom	80,0	12,5	2,0	4,0	1,4	-	-	-
Turda	75,5	7,2	5	6,5	-	1,5	-	-
Medias	68,0	2,0	5,0	17,0	-	4,9	3,0	-

Les dernières trois sortes de verre, fabriquées en Roumanie, contiennent outre ces oxydes, de petites quantités d'oxyde ferrique.

Lavage de la verrerie

La propreté de la verrerie a une grande importance pour les expériences, surtout pour l'analyse quantitative. Les récipients peuvent être considérés comme propres si l'examen n'y relève pas la moindre souillure et l'eau s'écoulant le long des parois ne laisse nulle part de gouttelettes. L'apparition de celles-ci est due à ce que la surface du verre est souillée par des matières grasses dont la présence est tout à fait indésirable.

Les récipients en verre sont lavés de la manière suivante:

commencer par verser de l'eau chaude dans le récipient à laver et le frotter soigneusement à l'intérieur et à l'extérieur avec des brosses spéciales (groupillons) adaptées à chaque type de récipient. On se sert aussi d'un détergent qui se trouve dans le commerce. Le récipient est ensuite rincé avec de l'eau du robinet. Si, de cette manière, on ne parvient pas à bien laver le récipient et s'il reste des gouttes sur ses parois intérieures, il faut le laver à ce qu'on appelle "mélange sulfochromique", c'est-à-dire un mélange de dichromate de potassium et d'acide sulfurique concentré. Pour préparer ce mélange, dissoudre 5-6 g de $K_2Cr_2O_7$ dans 100 ml d'eau et verser avec précaution 100 ml de H_2SO_4 concentré dans la solution obtenue (*et non pas le contraire!*). Après avoir versé le mélange sulfochromique dans le récipient à nettoyer, bien en humecter les parois intérieures. Ensuite, il faut reverser le mélange sulfochromique dans le récipient qui le contenait. Ce mélange peut être utilisé plusieurs fois.

En se servant du mélange sulfochromique, il faut prendre la plus grande prudence étant donné que ce produit peut occasionner des brûlures. Si du mélange sulfochromique tombe sur les mains, il faut laver immédiatement la partie atteinte avec de l'eau en abondance et ensuite avec une solution de $NaHCO_3$.

À la place du mélange sulfochromique, il est possible d'utiliser un mélange de volumes égaux d'une solution 0,1n de KMnO_4 et d'acide sulfurique concentré. Employer aussi une solution alcaline de KMnO_4 , des solutions alcooliques de NaOH ou KOH . Pour éliminer la graisse, le mieux est d'employer des solvants organiques (benzène, éther, l'acétone).

On présente maintenant divers types d'**ustensiles en verre** les plus utilisés dans un laboratoire de chimie.

Le tube à essai (éprouvette) (fig. 1)- utilisé pour des expériences qualitatives. Attention! Lorsqu'on introduit les réactifs dans le tube à essai, ne pas dépasser la moitié de son volume. Tenir le tube à essai à l'aide d'une pince pendant le chauffage.

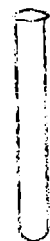


Fig.1

La baguette (fig. 2) est une verge en verre, arrondie aux bouts, utilisée pour mélanger et transférer les liquides d'un vase à l'autre.

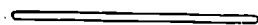


Fig.2

Les béchers (vases Berzelius) (fig. 3) de diverses capacités, sont utilisés pour effectuer des réactions chimiques surtout avec formation de précipités, pour évaporations, cristallisations. Ne pas les chauffer directement dans une flamme !



Fig.3

Les vases Erlenmeyer (fig.4) sont des vases coniques (avec, ou sans bouchon rodé) utilisés d'habitude dans l'analyse volumétrique pour le titrage.



Fig.4

Les ballons existent dans une grande variété:

-ballons à fond plat (fig.5) utilisés comme vases de réaction. Ne pas les chauffer à une température trop grande!

-ballons à fond rond (fig.6) sont les vases les plus utilisés pour les réactions chimiques. Ils peuvent être à un

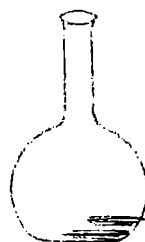


Fig.5

seul col, à deux cols (bicol), à trois cols (tricol), à quatre cols . Munis de réfrigérant, de thermomètre, d'entonnoir à robinet ou d'agitateur, d'après les nécessités, ils forment des assemblages divers.

-ballons type Würtz (fig.7) sont des ballons à fond rond prévus d'un tube latéral long et étroit, incliné.

On les utilisent pour assembler des installations de distillation ou pour obtenir un courant continu de gaz.

-ballons type Claisen (fig.8) sont des ballons à fond rond prévus d'un système réfrigérant comme dans la figure. Ils sont utilisés pour des installations de distillation à pression réduite.

-ballons Kjeldhal (fig.9) ont une forme allongée et un col long. On les utilisent pour désagrégation des composés organiques (dans l'analyse de l'azote), prévus d'un thermomètre, pour déterminer le point de fusion d'une substance.

La pissette (fig. 10) confectionnée d'un ballon à fond plat ayant un bouchon percé de deux tubes: un, court, courbé en angle obtus, l'autre, long, courbé en angle aigu. Le tube long est terminé par une partie effilée par où on fait sortir le liquide de lavage. On l'utilise pour transvaser le contenu d'un vase à l'autre ou pour laver des précipités.

Les ballons jaugés (fig.11) ou **matras jaugés** sont des ballons à col long et étroit sur lequel on a marqué un trait de repère annulaire jusqu'auquel il faut le remplir.

On se sert de ces ballons pour diluer une solution à étudier



Fig. 6

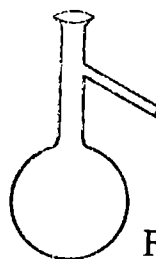


Fig. 7

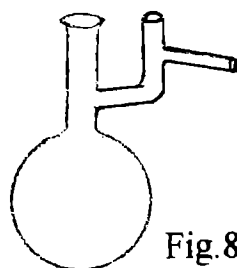


Fig. 8



Fig. 9



Fig. 10

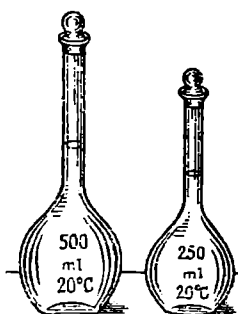


Fig. 11

jusqu'à un volume déterminé dont on prélève une partie pour un titrage à l'aide d'une pipette. On utilise également ces vases pour la préparation des solutions titrées.

Pour mesurer les volumes des solutions on utilise plusieurs types de vases, tels que:

Le cylindre (l'éprouvette graduée) (fig.12) n'est pas utilisé pour la mesure exacte des volumes à un degré de précision nécessaire à l'analyse volumétrique. Pour cette raison, on ne les emploie que pour mesurer des solutions de réactifs auxiliaires quelconques et pour lesquelles on ne tient pas compte de leur volumes lors des divers calculs.

Les pipettes graduées (fig.13) ont la forme d'un tube long et étroit et qui rappellent les burettes. On aspire la solution dans la pipette en la tenant par la partie supérieure entre le pouce et le médium de la main droite et en plongeant profondément son extrémité inférieure dans le liquide (sinon le liquide peut passer dans la bouche). On fait cela de la manière que le niveau du liquide dans la pipette monte à environ 2 cm plus haut que le trait de repère. On bouche ensuite rapidement l'orifice supérieur de la pipette avec l'index légèrement humide et, en le décollant à peine, on fait le liquide s'écouler très lentement jusqu'à ce que le bord inférieur du ménisque touche le trait de repère. On laisse après le liquide s'écouler dans le récipient, en tenant la pipette verticale, sans expulser la dernière goutte qui y reste, en soufflant.

Les pipettes jaugées (fig.14) qui présentent au

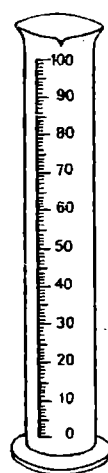


Fig.12

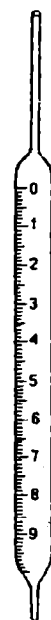


Fig.13

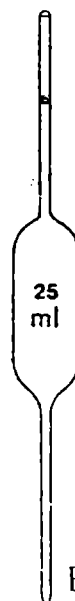


Fig.14

milieu un reflement. Dans leur partie supérieure étroite, on marque un trait de repère annulaire jusqu'auquel il faut remplir la pipette de liquide. On fait ordinairement des pipettes de 5, 10, 20, 25, 50 et 100 ml.

Les burettes (fig.15) sont des appareils en verre destinés au titrage, qui ont ordinairement la forme d'un tube cylindrique effilé, gradué en parties égales, et muni d'un dispositif d'écoulement. On enfile sur la partie libre du tube en caoutchouc une pince métallique qui permet de laisser s'écouler le liquide de la burette quand on appuie avec deux doigts sur la pince. Pour le titrage par des solutions de substances qui détériorent le caoutchouc (par exemple, une solution d'iode), on utilise des burettes à robinets en verre.

La burette est graduée en ml (en général, 25 ou 50) et en dixièmes de ml, la division 0 étant placée en haut.

Avant de remplir la burette de la solution désirée, on doit la laver soigneusement comme tout autre récipient de mesure. Pendant le lavage, il ne faut pas boucher l'orifice de la burette avec le doigt parce que dans ce cas la burette serait à nouveau souillée par de la graisse. On la rince par de l'eau distillée et après, par des petites quantités de la solution de titrage. Il est indispensable de veiller soigneusement à ce qu'il ne reste pas de bulles d'air dans le tube effilé inférieur de la burette. Pour éliminer cet air, on ouvre la pince et on laisse sortir un fort courant de liquide qui s'écoule dans un bécher placé en dessous. Pour les burettes à robinet en verre, on plonge l'extrémité effilée de la burette dans une solution correspondante, et après avoir ouvert le robinet, on aspire

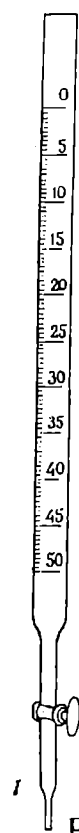
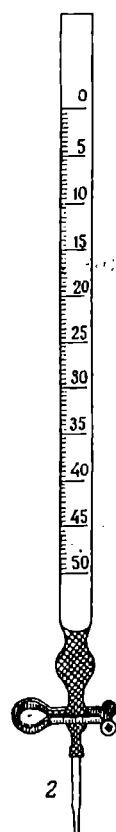


Fig.15



2

une petite quantité de liquide à travers l'orifice supérieur de la burette que l'on remplit ensuite d'une manière ordinaire. La surface du liquide dans la burette apparaît comme une large bande concave (ménisque). Lors des lectures, on regarde quelle est la division qui est touchée par le bord inférieur du ménisque en tenant l'oeil au niveau de ce dernier. Pour obtenir une plus grande précision des lectures, on munit la paroi arrière de la burette d'une bande colorée, étroite et longitudinale qui se détache sur un fond blanc laiteux. Le ménisque déforme cette bande qui semble, pour cette raison, constituée par deux angles convergeant en un point (fig.16). Il faut veiller strictement à ce que lors de la lecture, l'oeil de l'observateur se trouve au niveau du bord inférieur du ménisque.

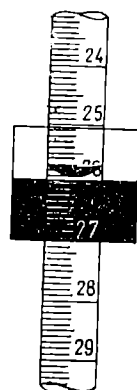
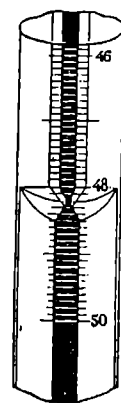


Fig.16

Pour séparer un liquide d'un solide et surtout lorsque le liquide est en très grande quantité par rapport au solide, on utilise la *filtration*. Cette filtration peut être qualitative ou quantitative. Les opérations sont les même dans les deux cas ,mais dans l'analyse gravimétrique on utilise des filtres dits "sans cendres", c'est-à-dire fabriqués en papier-filtre d'où l'on a éliminé la plus grande partie des corps minéraux par lavage aux acides chlorhydrique et fluorhydrique. Après combustion, ils laissent une quantité infime de cendres qui ne dérange pas l'analyse.

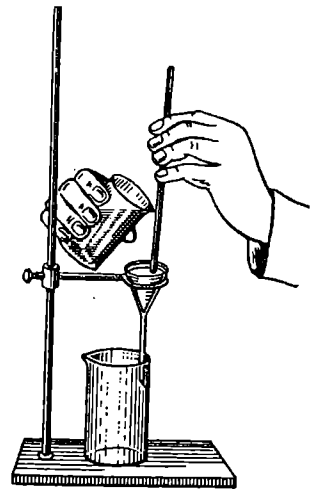


Les entonnoirs (fig.17) sont des ustensils en forme conique ayant un long embout.. En général, l'ouverture d'un entonnoir a un angle de 60° . Pour qu'un filtre convienne bien à ce genre d'entonnoir, il faut le plier en deux, puis encore une fois en deux, de façon que les lignes de pliage soient perpendiculaires. Si l'angle de l'entonnoir n'est pas égal à 60° , il ne faut



Fig.17

pas pour la deuxième fois plier le filtre en deux, mais le plier de manière qu'on obtienne un angle plus au moins obtus. On arrange après le filtre de sorte qu'il soit étroitement en contact avec les parois de l'entonnoir (qui doit être absolument sec). On remplit ensuite le filtre de l'eau distillée, et on le presse avec précaution contre l'entonnoir en appuyant avec un doigt, pour éliminer les petites bulles d'air qui se forment entre la paroi et le filtre. On met l'entonnoir garni de son filtre dans l'anneau du support en plaçant en dessous un bécher propre de telle manière que le bord inférieur de la douille taillé en biseau touche les parois du bécher.



Pour les filtrations rapides, on utilise des **entonnoirs de Büchner** (fig.18), qui peuvent être confectionnés en verre ou en porcelaine. Leur partie supérieure cylindrique est séparée de la partie inférieure conique par une cloison percée de nombreux trous, que l'on recouvre d'un disque de papier filtre ou d'étoffe.. L'entonnoir est adapté à l'aide d'un bouchon sur une fiole conique en verre épais portant une tubulure par laquelle on peut faire le vide. Les filtrations sont ainsi plus rapides et le liquide est mieux séparé du solide.

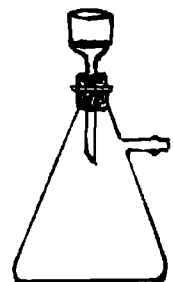


Fig.18

Pour une filtration quantitative, il est très pratique d'employer **des creusets ou des tubes en verre fritté** (fig.19). Ces creusets sont des petits vases en verre ou en porcelaine dans lesquels on a soudé intérieurement un petit **disque fritté**, constituant une couche filtrant qui remplace le papier. On fabrique les disques de porosités différentes. Dans le commerce, il existe quatre espèces de creusets filtrants désignées par des numéros (du numéro 1 au 4).

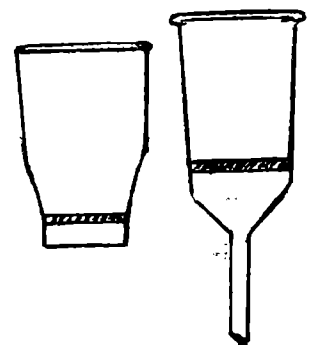


Fig.19

La filtration avec ces creusets se fait sous pression réduite.

La séparation de deux liquides qui n'ont pas la même densité et qui ne sont pas solubles l'un dans l'autre, se fait à l'aide d'un **entonnoir à séparation ou ampoule à robinet** (fig.20). Il se compose d'un récipient qu'on peut vider par sa partie inférieure, grâce à un tube muni d'un robinet en verre. On ferme ce robinet quand le liquide le plus dense s'est écoulé et on recueille dans un second récipient l'autre liquide. Les parois sont fabriquées en verre épais pour supporter les chocs mécaniques.

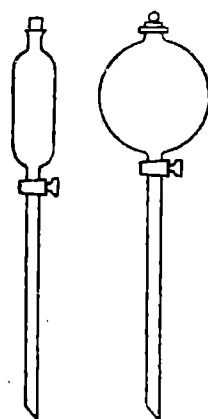


Fig.20

Si on a besoin d'ajouter un liquide goutte à goutte on utilise l'**entonnoir à robinet** qui ressemble bien à l'autre, mais qui est confectionné en verre mince et est de dimensions plus réduites. Il fait partie, en général, d'une installation.



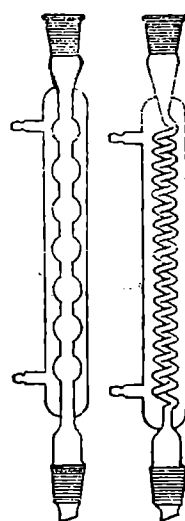
Fig.21

Les réfrigérants (fig.21) sont des ustensils en verre utilisés pour condenser les vapeurs des liquides lors d'un chauffage.

Ils peuvent être de deux types:

- ascendants qui sont montés verticalement et qui ont le rôle de refouler les vapeurs formées d'un liquide;
- descendants utilisés pour collecter les vapeurs qui se condensent pendant la distillation.

Ils sont formés de deux tubes concentriques, soudés aux bouts, un, qui constitue le manteau extérieur par lequel circule l'eau pour refroidissement, et l'autre, intérieur par où circule la vapeur qui se condense.



La tubulure intérieure a des diverses formes: à bulles, à serpentin, cylindrique etc.

Le dessicateur (fig.22) est un vase de forme spéciale portant un rétrécissement à mi-hauteur afin de supporter une plaque de porcelaine perforée sur laquelle on place les objets à dessécher. La partie inférieure contient des corps tels que le chlorure de calcium anhydre, la potasse solide, anhydride phosphorique, acide sulfurique concentré qui absorbent l'eau ou les liquides à séparer du solide. Le tout est recouvert d'un couvercle rôdé s'adaptant bien. La surface d'appui polie du couvercle du dessicateur doit être enduite d'une couche mince d'un mélange de vaseline et de cire (graisse de rodage). Quand on ouvre le dessicateur, il faut déplacer le couvercle de côté, c'est-à-dire le pousser en plan horizontal et non le soulever. De même, lorsqu'on referme le dessicateur, on pousse latéralement et progressivement le couvercle. Quand on déplace cet appareil, il faut maintenir le couvercle avec les pouces des deux mains parce qu'il risque facilement de tomber et de se briser. On peut encore faire le vide dans le dessicateur à l'aide d'une tubulure à robinet placée soit au milieu du couvercle, soit latéralement.

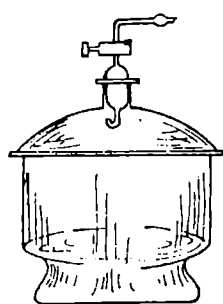
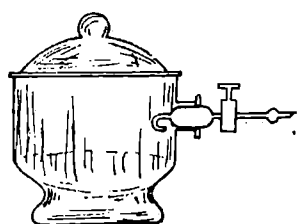
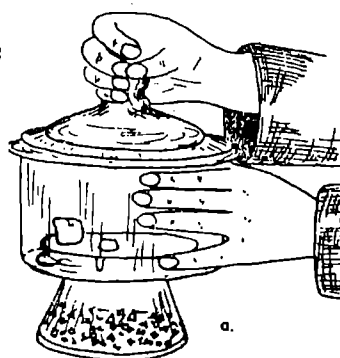


Fig.22



Les colonnes desséchantes (fig.23) sont prévues de deux ouvertures à la partie inférieure et supérieure. Elles sont remplies d'un deshydratant tel que le chlorure de calcium ou anhydride phosphorique. On les utilise pour retenir l'humidité et les impuretés dans des gaz. Dans le même but on se sert de **tubes en U** (fig.24) parfois fermés par des robinets en verre.

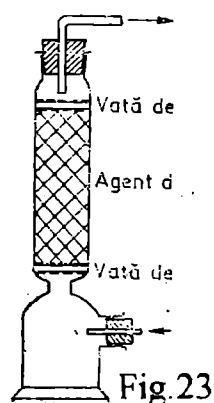


Fig.23

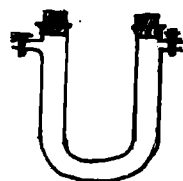


Fig.24

Les laveurs- barboteurs (fig.25) sont utilisés pour purifier ou absorber les gaz dans un liquide convenablement choisi. Ils peuvent être utilisés aussi comme vases de sûreté. Tout laveur-barboteur est prévu de deux tubes, un, long (tube adducteur), pénétrant jusqu'au fond du vase et par lequel entre le gaz, et l'autre, court (tube abducteur), pour la sortie du gaz.

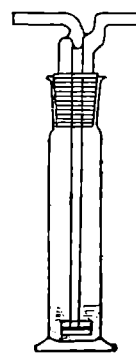


Fig.25

Les vases à tarer (fig. 26) sont de petits vases en verre, munis d'un couvercle ajusté; ils sont utilisés pour peser les substances. À ce but, on peut également disposer la substance dans un **verre de montre** (fig.27). Ces derniers vases servent aussi pour effectuer des réactions d'identification, pour couvrir les béchers ou pour sécher les substances dans l'étuve.

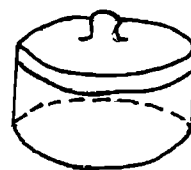


Fig.26

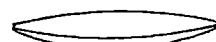


Fig.27

Le cristalliseur (fig. 28) est un vase cylindrique bas et large, utilisé pour la cristallisation par évaporation à la température ambiante. Attention! Ne pas jamais le chauffer!



Fig.28

Vases et ustensiles en porcelaine

La porcelaine résiste à l'action des bases et des autres réactifs et supportent des températures relativement élevées. Au cours des travaux de laboratoire, ce sont le plus souvent des **creusets en porcelaine** qu'on utilise pour la calcination des précipités (fig. 29).

Dans l'analyse quantitative, il est indispensable de connaître le poids net du creuset vide et d'être sûr que ce poids ne se modifiera pas lors de la calcination. Pour cette raison, on cuit préalablement le creuset vide jusqu'à poids constant, c'est-à-dire jusqu'au



Fig.29

moment où le poids du creuset ne varie plus.

Pour y arriver, on place le creuset propre et sec sur un **triangle en porcelaine** (fig.30) posé sur l'anneau d'un support au-dessus d'une flamme; après la calcination, on le refroidit dans le dessiccateur et puis on le pèse. On répète ces opérations jusqu'à son poids ne varie plus.

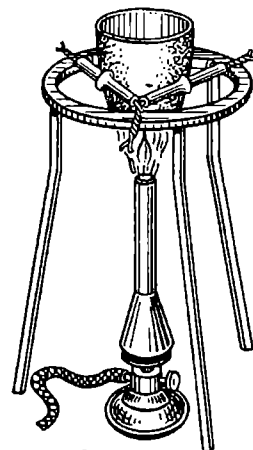


Fig.30

La capsule (fig.31) a de minces parois en porcelaine émaillée. On l'utilise pour évaporations, pour des réactions à l'état fondu ou pour séchage des précipités dans l'étuve.



Fig.31

Le mortier (fig.32) ressemble à la capsule, mais les parois sont plus grosses tenant compte du fait qu'il est soumis à de forts chocs mécaniques. On l'utilise pour broyer les substances à l'aide du **pilon du mortier**.



Fig.32

Ustensiles en métal

Les statifs (fig.33) sont utilisés pour fixer les diverses parties d'une installation (des ballons, des réfrigérants, des burettes etc).

Le support (voir fig.30) avec le triangle en porcelaine ou avec la grille amiantée constitue le bain d'air, utilisé pour le chauffage des ustensiles en verre ou pour calcination des creusets.



Fig.33

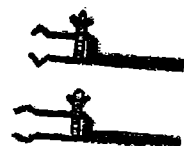
La noix ou le manchon (fig.34a) est utilisée pour fixer les **pinces** (fig.34b) aux statifs dans une installation.



a.

Fig.34

Les pincettes pour des burettes sont appelées **clés ou clés de Mohr** (fig.35).



b.

Les pincettes à creusets (fig.36) sont utilisées pour saisir les objets chauds.



Fig.35



Fig.36

Les spatules (fig.37) simples ou doubles, sont utilisées pour manipuler les réactifs solides.

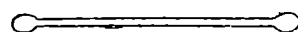


Fig.37

Les becs à gaz ou brûleurs à gaz (fig.38) sont utilisés pour le chauffage et la calcination des substances. Il y a plusieurs types de becs: *Bunsen*, *Teclu*, *Mecker*. La différence entre eux est le système d'admission du gaz. Lorsqu'on se sert d'un bec à gaz, il faut soigneusement régler l'arrivée de l'air. Si l'air est en quantité suffisante, la flamme du brûleur est peu visible et chaude. Dans le cas d'un excès d'air, la flamme présente un cône bleu, la température la plus élevée étant à quelques millimètres au-dessus de celui-ci. Au contraire, en cas de manque d'air, on obtient une flamme fuligineuse, de température peu élevée.

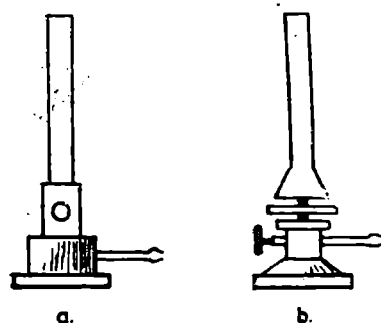
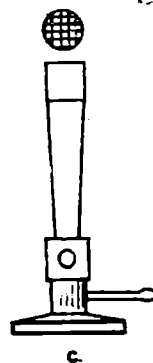


Fig.38



Pour les hautes températures, on utilise des brûleurs spéciaux, quelquefois à flamme soufflée ou des brûleurs dans lesquels l'air est remplacé par l'oxygène ou le gaz par l'acétylène.

Pour éviter les réglages de température, on effectue souvent les réactions en utilisant la température constante produite par la vapeur d'eau qui se dégage d'un **bain - marie** (fig.39). Pour l'obtention de températures plus élevées, on utilise des bains d'huile ou d'alliages fondus.

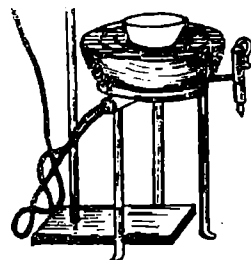


Fig.39

L'étuve électrique (fig. 40) munie d'un thermostat qui entretient automatiquement une température constante, est utilisée pour le séchage des vases de laboratoire ou des substances chimiques.

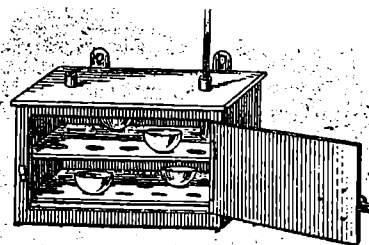


Fig.40

D'autres matériaux utilisés dans le laboratoire sont: le caoutchouc, le bois, la liège et le papier.

En caoutchouc sont confectionnés **des bouchons et des tuyaux** qui assurent l'assemblage des parties composantes d'une installation.

Pour des bouchons on utilise également la liège ou le verre rodé.

Les statifs pour les éprouvettes sont d'habitude en bois ou en métal.

La balance analytique (fig.41) est l'appareil principal dont on se sert pour l'analyse quantitative ou tout simplement pour peser une certaine quantité de substances dans de divers buts. En ce qui concerne leur construction il y a des balances analytiques périodiques aux oscillations libres et des balances aux oscillations amortissables.

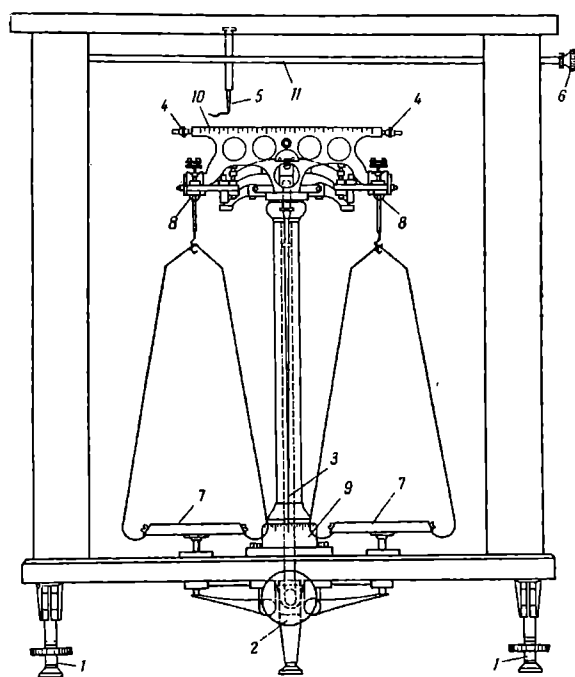


Fig.41

Tenant compte de leur sensibilité, les balances analytiques sont de plusieurs types:

-macrobalance qui a une charge maximale de 200 g et une sensibilité de 0,1 mg;

-demimicrobalance avec une charge maximale de 100 g et une sensibilité de 1.10^{-2} mg;

-microbalance avec une charge maximale de 20 g et une sensibilité de 1.10^{-3} mg;

-ultramicrobalance avec une charge maximale de l'ordre de quelques dixièmes de milligrammes et une sensibilité de 1.10^{-4} mg;

Il y a aussi des nanogrammesbalances ayant une sensibilité de 1.10^{-6} à 1.10^{-9} g et une charge de maximum 20 mg.

La pièce principale d'une balance est *le fléau*; il est muni de trois couteaux en agate ou en acier trempé (1 et 2 sur la figure 42a). Le couteau central repose par son arête sur une plate-forme spéciale en agat soigneusement polie, fixée sur la colonne. Cette arête est la ligne d'appui du fléau. Les plateaux de la balance sont suspendus aux deux couteaux latéraux à l'aide d'étriers spéciaux (fig. 42 b).

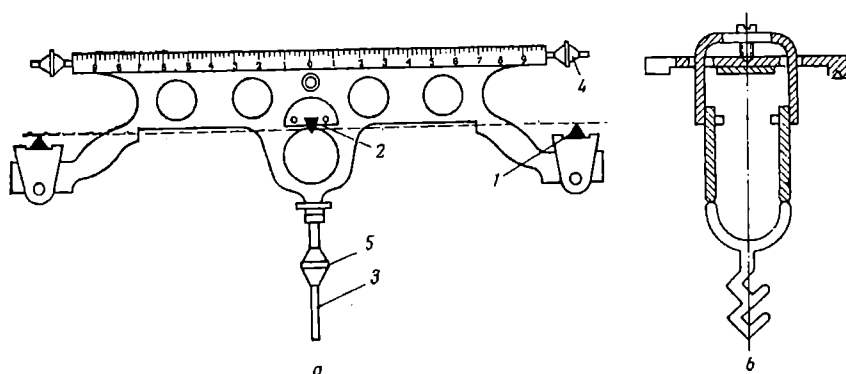


Fig.42

Une aiguille (fig.41, 3) est fixée aux milieu du fléau, son extrémité inférieure effilée se déplace le long d'une échelle graduée (9) qui se trouve à la partie inférieure de la colonne. Pour obtenir un fonctionnement correct de la balance, il est indispensable que les arêtes des trois couteaux soient rigoureusement parallèles et se trouvent dans le même plan; en outre, la précision de pesée sur la balance analytique dépend pour une forte part de l'affûtage plus ou moins poussé des arêtes et du polissage de la surface sur

laquelle reposent celles-ci.

Au fur et à mesure du travail de la balance, les arêtes et les plates-formes d'appui s'usent progressivement et la précision des pesées diminue. Pour que l'usure soit la plus faible possible, la balance est munie d'un arrêtoir, c'est-à-dire d'un dispositif qui permet de soulever le fléau ou comme on dit de "bloquer" la balance. Quand la balance est bloquée, les couteaux ne sont plus en contact avec les plates-formes d'appui correspondantes. Le disque de l'arrêtoir (fig. 41,2) est fixé sur la surface inférieure d'un plateau en verre ou en marbre sur lequel on monte la colonne et la cage de la balance. Au repos, la balance doit être bloquée.

La balance s'utilise tout particulièrement à la suite de chocs et de mouvements violents. Pour cette raison, *il est indispensable de faire très attention quand on effectue des pesées sur la balance analytique; il est en particulier interdit de toucher à la balance qui n'est pas bloquée.* Par conséquent, on ne peut placer ou enlever sur les plateaux l'objet à peser ou les poids qu'après avoir au préalable bloqué la balance. Il faut éviter tous les mouvements brusques, même pendant le blocage. On tourne doucement le disque de l'arrêtoir en essayant de faire coïncider ce mouvement avec le moment où l'aiguille s'approche de la division médiane de l'échelle.

La balance est placée dans une cage en verre qui la protège de la poussière, des courants d'air, de la respiration du manipulateur.

La base de la balance repose sur des vis de réglage (fig. 41,1) dont on se sert pour mettre en position horizontale les arêtes des couteaux et les plates-formes d'appui en agate sur lesquelles reposent ces arêtes; on amène la balance dans la position horizontale en observant un fil à plomb fixé à la colonne (à l'arrière). Pour obtenir un fonctionnement correct de la balance, il est indispensable que ces arêtes et ces plates-formes soient rigoureusement en position horizontale.

Les plateaux (7) sont fabriqués en métal quelconque, d'habitude nickellé, pour éviter l'oxydation. On comprend bien qu'il ne convient en aucun cas de placer directement la substance sur les plateaux de la balance. Il ne faut pas non plus mettre la substance sur une feuille de papier, comme on le fait, en général, lors de la pesée sur une balance moins précise (balance technique). Cela s'explique d'abord par le fait que le papier est un corps hygroscopique, et, ensuite, on ne réussit pas à transférer entièrement et sans pertes la substance pesée dans le récipient où elle sera dissoute. Pour cette raison, la substance à peser est introduite dans un vase à tarer ou disposée dans un verre de montre.

Pour que le résultat de la pesée soit exact, il est indispensable que l'objet à peser soit porté à la température de la balance. En effet, en posant sur la balance un corps plus chaud (ou plus froid), on allonge (ou raccourcit) par là le bras du fléau correspondant, ce qui provoque de fausses indications de la balance. De plus, les objets chauds réchauffant l'air qui les entoure, provoquent le mouvement de cet air de bas en haut. Le moindre courant d'air soulève le plateau correspondant, ce qui a pour conséquence d'augmenter encore l'erreur de la pesée. Au contraire, au cas où l'on pèse des objets froids, on obtient un courant d'air dirigé de haut en bas; l'erreur qui apparaît alors est de signe contraire. Pour que l'objet à peser ait le temps de prendre la température de la balance, sans absorber de vapeur d'eau, il faut qu'on le place dans un dessiccateur pour au moins vingt minutes.

Les poids des balances analytiques sont placés dans une boîte spéciale (fig. 43) où se trouve également une pince à l'aide de laquelle on les saisit, on les pose sur les plateaux et les enlève. *Il est rigoureusement défendu de toucher les poids avec les doigts. Dès que la pesée est terminée,*

il faut obligatoirement remettre chaque poids dans la cavité qui lui est destinée.

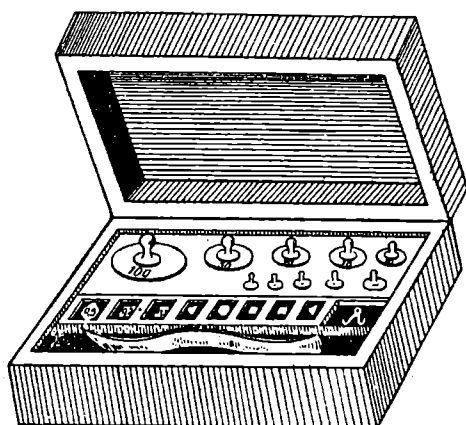


Fig. 43. Boîte à poids

Les poids menus (subdivisions de gramme, en particulier les dixièmes et les centièmes de gramme) ont des formes différentes de ceux représentant grammes, d'habitude d'hexagones réguliers, de triangles ou de carrés. Chaque petit poids a un bord plié à angle droit, pour qu'on puisse le saisir plus facilement au moyen d'une pince. En utilisant ces poids, on définit l'objet à peser avec une précision de 0,01 g. Quant aux millièmes et aux dix-millièmes de gramme, ils seront déterminés à l'aide de ce qu'on appelle *trébuchet*. Pour la plupart des balances, toutes les subdivisions de gramme sont déterminées à l'aide du trébuchet. Ceux-ci sont de petits fils métalliques, minces et recourbés, suspendus sur une réglette horizontale, fixée perpendiculairement au fléau. À l'aide du système de leviers, ils sont accrochés à cette réglette par la rotation d'une poignée à disque qui se trouve à l'extérieur sur le côté droit de la balance. Cette poignée a la forme de deux disques qui peuvent tourner et sur lesquels sont indiqués des chiffres. Si on tourne le disque extérieur, les poids de 100,200,300...900 mg s'accrochent à la réglette. De la même manière, en faisant tourner le disque intérieur, on suspend sur la réglette 10,20,30...90 mg, ce qui équivaut à placer sur le plateau de droite des centièmes de gramme. Les milligrammes

et les dixièmes de milligramme sont lus sur l'afficheur électrique de la balance.

Pour la pesée sur la balance analytique il faut tenir compte de quelques règles:

-premièrement, régler la position du point zéro. Pour cela, sans ouvrir les portes de la cage, tourner avec précaution le disque de l'arrêt à fond.

En opérant ainsi, l'ampoule du projecteur s'allume automatiquement. Quand la balance n'est pas chargée, le zéro de l'échelle doit coïncider exactement avec le trait vertical de l'écran. Si cette coïncidence n'existe pas, il faut l'obtenir en tournant dans un sens ou dans l'autre la tête de la vis de réglage qui se trouve à l'extérieur sur la planche inférieure de la balance, au-dessus du disque de l'arrêt;

-après avoir placé l'objet à peser sur le plateau de gauche et posé sur le plateau de droite les poids prélevés dans la boîte, trouver de la manière habituelle le nombre de grammes entiers du poids à déterminer;

-ensuite, après avoir fermé la porte de la cage, procéder à la recherche des dixièmes et des centièmes de gramme. Pour cela, en tournant le disque extérieur du dispositif automatique pour placer des petits poids sur la balance, faire correspondre l'indicateur fixe avec les divers chiffres du disque en vérifiant chaque fois dans quel sens l'aiguille de la balance dévie. Comme toujours, quand on pose ou on enlève un poids quelconque, il est indispensable de bloquer au préalable la balance à chaque rotation du disque. Quand le nombre de dixièmes de gramme est déterminé, procéder à la recherche des centièmes de gramme, qui se fait à l'aide du disque intérieur, tout à fait de la même manière;

-après avoir trouvé le poids à déterminer avec une précision à 0,01 g près, tourner jusqu'au bout le disque de l'arrêt; après la fin des oscillations de

de l'écran. Les grandes divisions de cette échelle qui correspondent à des milligrammes entiers sont désignées par des chiffres précédés des signes plus ou moins. Le signe plus indique qu'il faut ajouter à la valeur de la lecture effectuée la valeur des poids placés sur la balance. Au contraire, si la lecture faite sur l'échelle est du signe moins, il faut soustraire la valeur de la lecture de celle du poids;

-une fois la pesée terminée, enlever de la balance l'objet à peser et les poids;

-n'admettre aucun contact avec la balance qui n'est pas bloquée;

-ne pas charger la balance au-delà de la charge limite (en général 200 g), car cela risque de provoquer sa détérioration. Dans le cas douteux, il est indispensable de peser préalablement l'objet sur la balance technique; c'est seulement après s'être assuré que le poids n'est pas trop grand, qu'il devient possible de procéder à la pesée sur la balance analytique;

-ne pas poser sur la balance des objets humides ou sales. Ne rien répandre et ne rien verser à l'intérieur de sa cage;

-ne pas peser des objets chauds ou trop froids;

-pendant la pesée, utiliser exclusivement les portes latérales de la cage de la balance. La porte avant de la cage doit être fermée en permanence.

-

3. TRAVAUX PRATIQUES

3.1. Détermination du point de fusion

On sait que la matière se présente sous trois aspects physiques différents :

- l'état solide;
- l'état liquide;
- l'état gazeux.

La plupart des corps peuvent exister dans chacun de ces trois états dans différentes conditions de température et de pression. Leur masse volumique est alors différente d'un état à autre.

Pour un même corps, le passage d'un état physique à un autre s'appelle *changement d'état* et on sait qu'il s'effectue sans changement de masse. La figure 44. résume les différents changements d'état possibles.

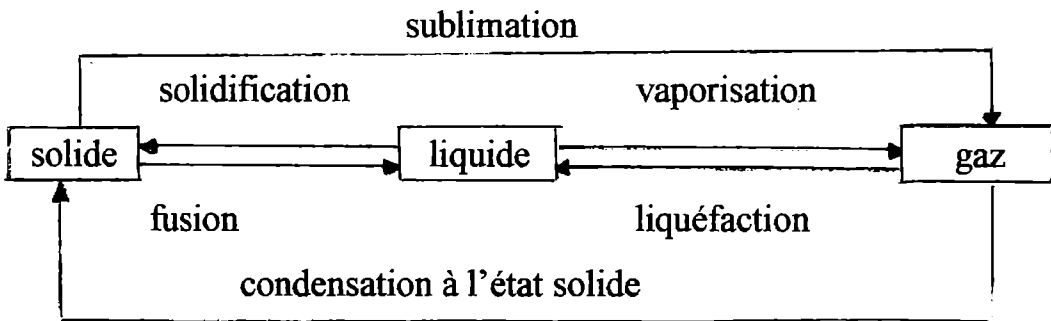


Figure 44. Les changements d'état

Les substances cristallines pures possèdent une température de fusion nette.

Les substances amorphes n'ont pas de point de fusion bien déterminé; leur fusion se produit progressivement, sur un intervalle de température de plusieurs degrés.

La température de solidification coïncide avec celle de fusion pour la plupart des substances (fig. 45). Les exceptions sont les liquides visqueux (avec des liaisons hydrogène).

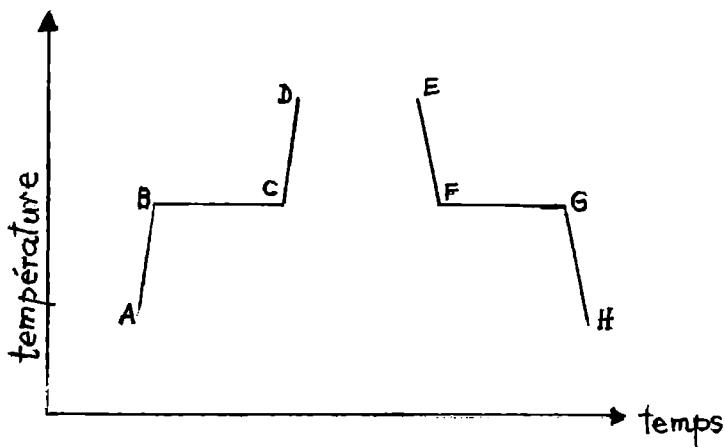


Figure 45. Les diagrammes de fusion (a) et de solidification (b) des substances cristallines pures

Courbe a : AB-l'échauffement du solide;
BC-la fusion (isotherme);
CD-l'échauffement du liquide.

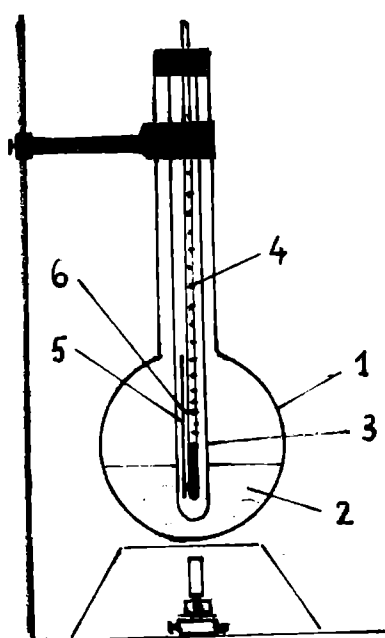
Courbe b : EF-le refroidissement du liquide;
FG-la solidification;
GH-le refroidissement du solide.

Au cristoallohydrates, la fusion est le résultat des deux processus simultanés. Par échauffement, une partie de l'eau de cristallisation se dégage et les cristaux vont se dissoudre dans l'eau de cristallisation. Le dégagement de l'eau de cristallisation commence, d'habitude, à une température plus basse que celle à laquelle a lieu la destruction du cristal. Par conséquence, les cristoallohydrates fondent aux températures plus basses que les substances anhydres.

Mode opératoire

Aux travaux pratiques on va déterminer le point de fusion d'une substance pure, en utilisant *la méthode du tube capillaire*. La substance sera indiquée par l'assistant professeur.

La substance est introduite dans un tube capillaire, fixé lui-même contre le réservoir d'un thermomètre, au moyen d'un élastique (fig. 46).



1. ballon Kjeldahl
2. liquide à basse volatilité
3. éprouvette
4. thermomètre
5. tube capillaire
6. élastique

Figure 46. Installation pour détermination du point de fusion

Le tout est plongé dans un b cher contenant un liquide incolore,   point d' bullition  lev , tel que la glyc rine, l'huile de paraffine ou l'acide sulfurique. On chauffe le bain de liquide de fa on que sa temp rature monte tr s lentement: environ $2\text{-}3^{\circ}\text{C}$ par minutes. On observe la temp rature   laquelle la fusion se produit. Il est bon de contr ler la valeur not e, en observant ensuite le point de solidification.

On doit toujours effectuer trois d terminations pour chaque substance; le r sultat sera la moyenne arithm tique de ces trois d terminations.

3.2. Solubilité

La formation des solutions liquides dans de diverses conditions de température et pression, nous révèle qu'il y a des substances miscibles à n'importe quelle proportion (par exemple, l'alcool méthylique et l'eau), tandis que d'autres sont miscibles dans un rapport limité (chlorure de potassium et l'eau, par exemple).

Une solution qui, à température et pression bien déterminées, contient la quantité maximale de substance dissoute, est appelée solution saturée dans les conditions données.

La concentration d'une solution saturée est une constante caractéristique pour chaque substance en conditions de température et de pression données et est appelée solubilité. Elle est exprimée d'habitude par la quantité, en grammes de substance, qui peut saturer 100 g de solvant, à une certaine température et pression.

La solubilité d'un corps dans différents liquides représente un caractère important; cependant, il est très rare que des mesures précises soient effectuées. On se contente d'appréciations assez grossières, auxquelles correspondent des termes tels que : insoluble, très peu soluble, assez soluble, soluble, très soluble, miscible en toutes les proportions, d'après les valeurs limites de leur solubilité :

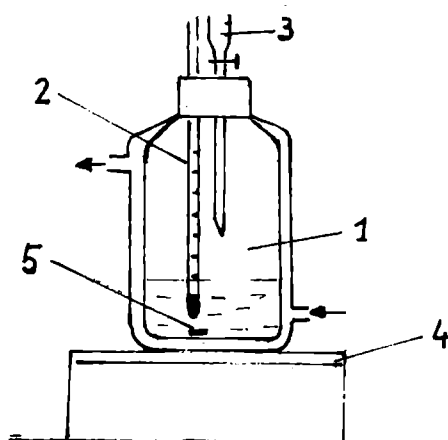
Substance	Solubilité (g soluté / 100 g solvant)
très soluble	10 - 100
soluble	1 - 10
assez soluble	0,1 - 1
peu soluble	0,01 - 0,1
très peu soluble	0,001 - 0,01
insoluble	< 0,001

La solubilité des substances solides et liquides est influencée seulement de la température. La relation entre la solubilité et la température est représentée d'habitude par une courbe, en portant sur l'abscisse la température et sur l'ordonnée les solubilités déterminées pratiquement.

Aux travaux pratiques on va tracer la *courbe de solubilité* pour une substance pure, en utilisant comme solvant l'eau distillée.

Mode opératoire

L'appareil utilisé pour les déterminations expérimentales est représenté dans la figure 47.



1. b cher en verre,   doubles parois
2. thermom tre
3. micro-burette
4. agitateur magn tique
5. aimant

Figure 47. Dispositif pour la d termination de la solubilit 

On p se   la balance analytique une quantit  de substance selon les indications suivantes :

Substance	Quantit� � peser (g)	cm ³ d'eau
K ₂ Cr ₂ O ₇	1,0000-2,0000	3,5
KClO ₃	1,0000-2,0000	2,5
KCl	2,0000-2,5000	2,0
KNO ₃	2,0000-2,5000	2,0

La substance est transférée après quantitativement dans un bécher. On introduit aussi un aimant, puis on fixe la micro-burette et le thermomètre. Le bécher reste fixé sur l'agitateur magnétique. On y ajoute le volume d'eau indiqué dans le tableau à l'aide de la micro-burette et on commence à chauffer le bécher, en observant attentivement le processus de dissolution et la température. On lit après la température à laquelle la substance se dissout complètement. Puis on interrompt le chauffage, on écarte l'agitateur magnétique et on commence à refroidir le bécher à l'aide de l'eau froide. On note la température à laquelle apparaissent les premiers cristaux.. Les deux températures (celle de dissolution et celle de cristallisation) seront notées dans le tableau dont le modèle est donné ci-dessous.

Substance	Masse (g)	Volume d'eau (cm ³)	Conc. de la solution (g soluté/100g solvant)	Températures (°C)	
				Dissolution	Cristal- lisation

Les opérations d'échauffement et de refroidissement seront répétées après l'addition d'un volume de 0,5 cm³ d'eau distillée. On note les nouveaux résultats dans le tableau.

L'addition de l'eau distillée (0,5 cm³) et les opérations d'échauffement et de refroidissement seront répétées encore trois fois, de façon que nous ayons 4 ou 5 déterminations pour chaque courbe.

À l'aide de ces résultats, on peut tracer les courbes de dissolution et de cristallisation (dans le même diagramme).

3.3. Détermination de la masse moléculaire

La masse moléculaire (relative) est le rapport entre la masse moyenne d'une molécule et $1/12$ de la masse de l'isotope ^{12}C .

La quantité de substance, exprimée en grammes, égale numériquement à la masse moléculaire, est appelée molécule-gramme ou mole.

Les procédés de détermination de la masse moléculaire sont les suivantes:

- Mesure de densité de vapeur. Cette méthode s'applique aux composés possédant une grande tension de vapeur (notamment pour les gaz).
- Détermination de la masse moléculaire en solution, en appliquant les lois de Raoult.

3.3.1. Détermination de la masse moléculaire de dioxyde de carbone

Parmi les méthodes les plus commodes de détermination de masse moléculaire d'un gaz, c'est la méthode qui utilise la densité du gaz par rapport à un autre gaz. La densité relative est déterminée, d'habitude, par rapport à l'air.

La densité par rapport à l'air d'un corps pur à l'état gazeux est le rapport de la masse d'un volume quelconque de ce gaz à la masse d'un volume égal d'air, ces deux volumes étant mesurés à la même température et sous la même pression.

Considérons une mole de corps pur:

- sa masse est la masse molaire M du corps, exprimée en grammes;
- son volume à l'état gazeux, dans des conditions normales de température et de pression, est le volume molaire normal:

$$V_0 = 22,4 \text{ litres}$$

D'autre part, comme la masse d'un litre d'air dans des conditions normales est 1,293 g, un volume de 22,4 litres d'air a, dans ces conditions, une masse de:

$$1,293 \times 22,4 = 28,9 \text{ g}$$

On en déduit la relation de proportionnalité entre la densité par rapport à l'air d'un corps pur à l'état gazeux et sa masse molaire:

$$d = M/28,9$$

Cette relation permet, pour un corps pur à l'état gazeux, de déduire sa masse molaire approchée des mesures de densité relative:

$$M = 28,9 \times d \quad (1)$$

Mode opératoire

Par cette méthode on détermine la masse moléculaire du dioxyde de carbone. Le gaz est obtenu dans l'appareil indiqué dans la figure 48, en utilisant du carbonate de calcium et de l'acide chlorhydrique 1:1.

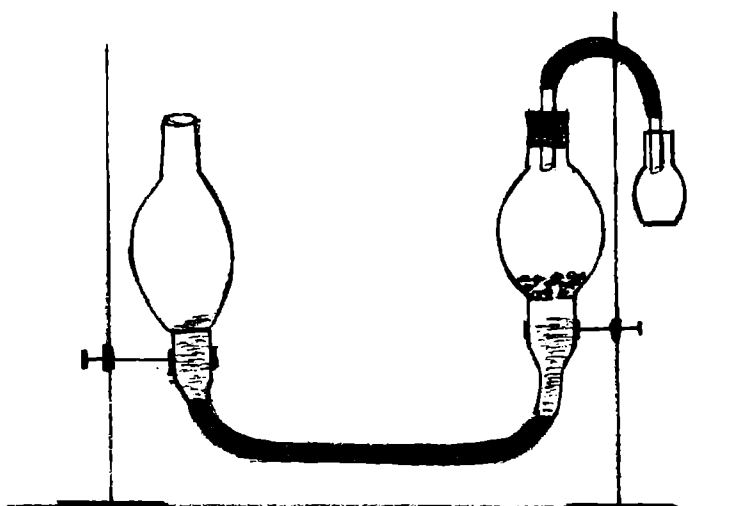


Figure 48. Installation pour l'obtention du CO_2

À la balance analytique on pèse un ballon à fond plat, propre et sec, fermé avec un bouchon en caoutchouc (la masse g_1). On introduit dans le ballon du dioxyde de carbone, à l'aide d'un tube abducteur de l'appareil. On attend 7-8 minutes pour que le ballon soit complètement rempli. On bouche le ballon et on le pèse de nouveau (la masse g_2).

On répète le remplissage du ballon avec du dioxyde de carbone encore une fois (g_3). Si entre les deux masses il n'y a qu'une différence de 0,001 g, on considère que le ballon est complètement rempli. On note la température et la pression indiquées par le thermomètre et le manomètre, respectivement.

Pour déterminer le volume du ballon, ce-ci est rempli avec de l'eau jusqu'au niveau auquel il y avait le bouchon. Le volume d'eau est après mesuré à l'aide d'un cylindre gradué.

En utilisant l'équation d'état des gaz parfaits, on calcule le volume de gaz dans des conditions normales (V_0).

En sachant qu'un litre d'air dans des conditions normales pèse 1,2939 g, on peut déterminer la masse de l'air contenu dans le ballon (g_4).

La différence $g_1 - g_4$ représente la masse du ballon vide avec le bouchon (g_5).

La différence $g_3 - g_5$ représente la masse du CO_2 (g_6).

À l'aide des masses g_4 et g_6 on détermine la densité relative du dioxyde de carbone par rapport à l'air. En appliquant la relation (1) on calcule la masse moléculaire du CO_2 .

Les résultats seront notés dans le tableau suivant:

Masse du ballon avec de l'air et le bouchon g_1	Masse du ballon avec CO_2 et le bouchon g_2, g_3	Volume du ballon (cm^3) V	$t, ^\circ\text{C}$	Pression (mm Hg)
--	---	--	---------------------	---------------------

3.3.2. Détermination de la masse moléculaire par ébulliométrie

On sait qu'un liquide bout à la température pour laquelle sa tension maximale de vapeur est égale à la pression de l'atmosphère située au-dessus de lui.

Lorsqu'on dissout un corps A (le soluté) dans un liquide B (le solvant), on modifie les propriétés physiques de ce dernier.

Si le soluté est non-volatil et conserve en solution sa structure moléculaire, alors la tension de vapeur de la solution sera inférieure à celle du solvant pur.

Soit p la tension de vapeur du solvant pur, et p^1 celle de la solution:

$$\frac{p - p^1}{p} = k \cdot c$$

où c = la concentration du corps dissous.

La constante k dépend de la nature du solvant, mais pas de celle du corps dissous.

Il est évident que la valeur numérique de k dépend aussi de la façon dont on définit la concentration. En général, elle est exprimée en moles pour 1000 g de solvant.

La loi de Raoult est valable pour les solutions étendues et non électrolysables.

Soit un solvant pur, bouillant; sa tension de vapeur est égal à la pression atmosphérique. Si on ajoute une petite quantité de substance soluble, la tension de vapeur s'abaisse et l'ébullition cesse. Pour la rétablir, il faut augmenter cette tension de vapeur, c'est-à-dire élever la température.

Un calcul précis permet d'établir la loi:

$$T_{\text{solution}} - T_{\text{solvant}} = \Delta T_e = k \cdot c$$

Si g_1 est la quantité de substance que l'on dissout dans g_2 grammes de solvant et M est la masse moléculaire du soluté, alors la concentration c (exprimée en moles de soluté pour 1000 g solvant) est égale à : $\frac{1000 g_1}{M \cdot g_2}$

Donc,
$$\Delta T_e = k \cdot \frac{1000 g_1}{M g_2}$$

Cette relation permet la détermination de la masse moléculaire M , en mesurant la différence ΔT_e entre la température d'ébullition de la solution et la température d'ébullition du solvant pur, sous la même pression.

Le mode opératoire

Aux travaux pratiques on détermine la masse moléculaire d'une substance pure, stable et non-volatile, en utilisant comme solvant l'eau distillée, dont la constante ébulliométrique k est égale à $0,52^\circ\text{C}$. Les mesures sont délicates, non seulement en raison de la faible différence des températures d'ébullition de la solution et du solvant pur, mais aussi et surtout parce que l'on risque, si l'on n'y prend pas garde, de réperer des températures qui diffèrent notablement des températures d'ébullition cherchées.

Dans la figure 49 est présenté un ébulliomètre.

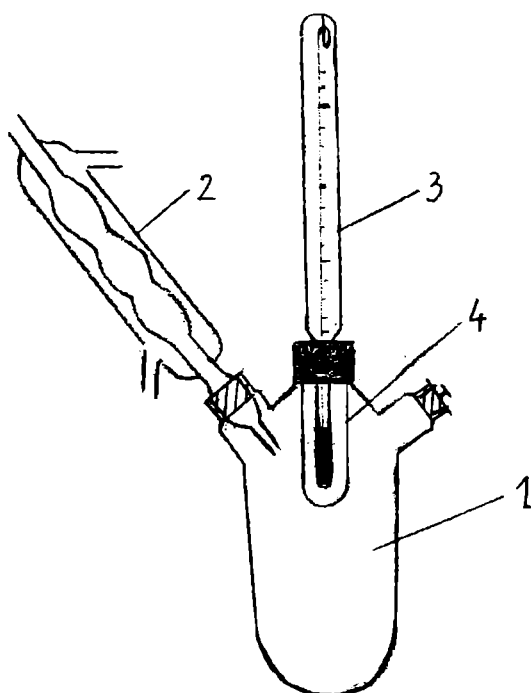


Fig.49 - Ébulliomètre

où: 1.- ballon à fond rond ; 2.- réfrigérant à reflux; 3.- thermomètre différentiel; 4.- éprouvette remplie de mercure

Dans le ballon on introduit d'abord 50 ml d'eau distillée (g_2) et on commence l'échauffement du ballon. La vapeur formée par l'ébullition atteint le thermomètre et se condense dans le réfrigérant à reflux qui renvoie le condensat dans la solution. Par conséquence, un film d'eau provenant de la condensation de la vapeur se forme constamment sur le réservoir, de sorte que la température lue est celle de l'équilibre eau liquide – vapeur d'eau saturante sous la pression d'expérience; elle est égale à la température d'ébullition de l'eau pure sous cette pression. Une fois la température d'ébullition de l'eau lue, on interrompt l'échauffement et on introduit dans le ballon une pastille de substance dont la masse moléculaire doit être déterminée (g_1).

On chauffe de nouveau le ballon, qui contient, cette fois, une solution aqueuse diluée de la substance inconnue. Le repérage de la température d'ébullition de la solution est difficilement à faire. L'expérience enseigne qu'il n'est sûr qu'à la condition que le réservoir du thermomètre soit constamment maintenu en contact simultané avec la solution et la vapeur. Pour réaliser cette condition, l'ébullition doit être vigoureuse, de façon que le réservoir du thermomètre soit arrosé par une émulsion formée de solution et de vapeur du solvant. La température lue dans ces conditions est la température d'ébullition de la solution.

Parce que la différence entre les températures d'ébullition de la solution et du solvant pur est très petite, de l'ordre à dixièmes ou centièmes de degré Celsius, on ne peut pas utiliser un thermomètre habituel, mais un différentiel, dit thermomètre de Beckmann. Ce thermomètre est prévu de deux réservoirs à mercure (un inférieur et l'autre supérieur), la quantité de

mercure du réservoir inférieur étant réglée de telle manière qu'il soit dans l'échelle à la température d'ébullition du solvant pur.

Cette opération de réglage est faite par le maître assistant!

La lecture de la température est faite avec une précision de deux décimaux. La valeur lue ne représente pas une température réelle d'ébullition, mais une conventionnelle, seulement la différence entre deux températures ayant de signification physique.

En connaissant les températures d'ébullition du solvant pur et de la solution et les quantités du solvant (g_2) et du soluté (g_1), on peut déterminer la masse moléculaire du soluté:

$$M = k \cdot \frac{1000 \cdot g_1}{\Delta T_e \cdot g_2}$$

3.4. Détermination de l'équivalent chimique

La quantité en grammes d'un élément qui réagit à un gramme d'hydrogène ou à 8 grammes d'oxygène (ou peut les remplacer) s'appelle équivalent-gramme.

La loi des équivalents (Richter) exprime que pour une réaction chimique le rapport de masses des substances qui reagissent ou qui y résultent est égal au rapport des équivalents de ces substances.

Cette loi permet la détermination de l'équivalent d'un élément, en déterminant la quantité d'hydrogène, d'oxygène ou d'un autre élément ou substance dont l'équivalent est connu, avec lequel l'élément réagit ou le déplace dans une réaction chimique.

3.4.1. Détermination de l'équivalent chimique d'un métal par rapport à l'hydrogène

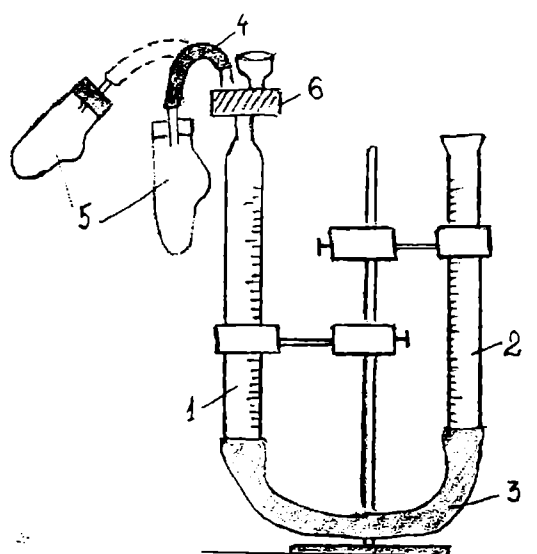
Dans ce travail on détermine expérimentalement l'équivalent chimique du zinc ou du fer par rapport à l'hydrogène, en mesurant la quantité d'hydrogène qui se dégage dans la réaction du métal avec de l'acide chlorhydrique.

Matériaux nécessaires:

- zinc en grenailles
- HCl solution 1:2
- deux tubes en verre
- éprouvette à bulle
- tubes en caoutchouc

Mode opératoire

Le montage expérimental est présenté dans la figure 50.



- 1,2-tubes gradués
- 3,4-tubes en caoutchouc
- 5 -éprouvette à bulle
- 6 -robinet

Figure 50. Installation pour la détermination de l'équivalent
du zinc

L'un de deux tubes en verre est ouvert, pour pouvoir mesurer la pression dans le tube de réaction.

Versons de l'eau distillée dans les deux tubes. Le robinet (6) étant fermé, on déplace les tubes jusqu'à l'égalisation du niveau de l'eau.

Dans la bulle de l'éprouvette on pose une quantité de zinc pesée à la balance analytique ($\sim 0,0500\text{--}0,0700$ g), puis on introduit de l'acide chlorhydrique 1:2 ($\sim 10\text{ cm}^3$), à l'aide d'un entonnoir, de façon que l'acide ne touche pas le zinc (la bulle de l'éprouvette doit être en bas). On attache l'éprouvette à l'installation et on ouvre le robinet de manière que le tube soit en communication avec l'éprouvette. On note le niveau de l'eau dans un des deux tubes (V_1).

On fait tomber le zinc dans l'acide. Sous la pression de l'hydrogène dégagé, le niveau de l'eau baisse dans le tube (1) et augmente dans le tube (2). Après la réaction totale du zinc, on déplace les tubes pour égaliser le niveau de l'eau. On note la nouvelle position de l'eau dans le même tube (V_2). On note aussi la température et la pression indiquées par le thermomètre et le baromètre, respectivement.

Les données de l'expérience seront enregistrées dans le tableau ci-dessous.

Masse du zinc	Niveau de l'eau avant l'exp.	Niveau de l'eau après l'exp.	Vol. d' H_2 déga- gé	$t\text{ }^\circ\text{C}$	Pres. atm. (mmHg)	Pres. partiel- le de la vapeur d'eau	Pres. d' H_2	Masse d' H_2
m_{Zn}	V_1	V_2	$V = V_2 - V_1$	t	p_1	p_2	$p = p_1 - p_2$	m_{H}

Pour calculer l'équivalent du zinc on doit tenir compte de la pression partielle de la vapeur d'eau:

$t\text{ }^\circ\text{C}$	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29
p_2 (mmHg)	17,5	18,6	19,8	21,1	22,4	23,8	25,2	26,7	28,3	30

En appliquant la loi des équivalents, on peut calculer l'équivalent du zinc:

$$\frac{m_{Zn}}{m_{H_2}} = \frac{E_{Zn}}{E_{H_2}}$$

3.4.2. Détermination de l'équivalent chimique d'un métal par rapport à l'oxygène

Dans ce travail on détermine l'équivalent chimique du magnésium par rapport à l'oxygène, à partir d'une quantité d'oxyde de magnésium qui résulte dans la réaction du métal avec de l'acide nitrique.

Matériaux nécessaires:

- magnésium
- creuset en porcelaine
- HNO₃ 1:1
- dessicateur
- bec à gaz

Mode opératoire

On pèse un creuset en porcelaine jusqu'à la masse constante. Pour cela, on porte le creuset au rouge (dans la flamme d'un bec à gaz), puis on le refroidi dans un dessicateur pendant une demi-heure et on le pèse. Ces opérations seront répétées jusqu'à ce que les différences entre deux pesée ne dépassent pas 0,0002 g. Ce n'est alors que la masse du creuset est constante.

On y introduit quelques grenailles de magnésium (0,15-0,20 g) et on pèse à nouveau le creuset.

Attention! Les opérations suivantes seront effectuer sous la hotte.

On ajoute dans le creuset de l'acide nitrique 1:1, goutte à goutte, jusqu'à la réaction totale du magnésium. Puis, on chauffe le creuset, très

doucelement, au-dessus d'une petite flamme, afin de le secher. On continue le chauffage du creuset qui est placé sur un triangle.

À haute température, le nitrate de magnésium formé dans la réaction à froid, se décompose en donnant d'oxyde de magnésium. La décomposition est considérée achevée au moment où le dégagement de la vapeur brune cesse. On continue à calciner le creuset pendant 5-10 minutes, puis on le refroidi dans un dessicateur (15-20 minutes) et ce n'est alors qu'on le pèse à la balance analytique.

Ces opérations sont répétées jusqu'à la masse constante du creuset.

Les données de l'expérience seront enrégées dans le tableau suivant:

Masse du creuset	Masse du creuset + Mg	Masse de Mg	Masse du creuset +MgO	Masse de l'oxygène
---------------------	--------------------------	-------------	--------------------------	-----------------------

En appliquant la loi des équivalents, on peut déterminer l'équivalent de magnésium.

3.4.3. Détermination de l'équivalent du carbonate de calcium

Matériaux nécessaires:

- bécher de 100 ml
- HCl solution 1:1
- burette
- CaCO₃ (morceaux de marbre)
- dessicateur ;
- bain de sable

Mode opératoire

On pose quelques morceaux de marbre (2-3 g) dans un bécher de 100 ml et l'on pèse à la balance analytique (G_1). On y ajoute 15 ml d'acide chlorhydrique 1n, mesuré à l'aide d'une burette. Quand l'effervescence a cessé, on pose le bécher sur le bain de sable, pour le chauffer

progressivement. Quand la réaction a cessé, on deverse la solution trouvée au-dessus du marbre resté, prenant soin de ne pas l'entraîner avec elle.

On lave plusieurs fois les morceaux de marbre à l'eau distillée et on les sèche, en introduisant le bécher dans l'étuve. Après le refroidissement dans le dessiccateur, on le pèse (G_2).

En appliquant la loi des équivalents, on détermine l'équivalent du carbonate de calcium, en considérant connu l'équivalent de l'acide chlorhydrique.

3.4.4. Détermination de l'équivalent de l'acide oxalique

On détermine l'équivalent de l'acide oxalique à l'aide de la réaction de l'acide avec l'hydroxyde de sodium, dont l'équivalent est considéré connu.

Matériaux nécessaires:

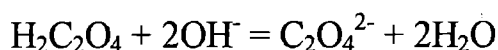
- NaOH sol. 5% ; ($\rho = 1,055 \text{ g/cm}^3$) - deux burettes
- $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ sol. 3% ($\rho = 1,023 \text{ g/cm}^3$) - verres Erlenmeyer
- Phénolphaléine sol. 1% en éthanol

Mode opératoire

Les burettes sont montées sur les supports. Elles seront lavées avec de l'eau distillée, puis avec les solutions d'hydroxyde de sodium et de l'acide oxalique, respectivement. On les charge avec ces solutions, ayant soin que le tube effilé n'aie pas de bulles d'air. On prend dans un Erlenmeyer (lavé quantitativement), un volume de 20 ml d'acide oxalique mesuré à l'aide de la burette respective. On y ajoute 1-2 gouttes de phénolphaléine. On titre, après, cette solution par l'autre, d'hydroxyde de sodium (c'est-à-dire on ajoute goutte à goutte jusqu'à la coloration rose).

Pendant le titrage il faut agiter continuellement le contenu du verre. On note le volume de NaOH qui correspond à l'équivalence .

L'équation de la réaction s'écrit :



L'équivalence est donc atteinte lorsque la quantité d'ions OH^- apportés par la soude est égale à la quantité de molécules $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ apportées par l'acide oxalique.

En sachant les concentrations et les densités des solutions, on peut calculer les quantités d'hydroxyde de sodium et d'acide oxalique qui correspondent à l'équivalence.

En utilisant la loi des équivalents, on détermine l'équivalent de l'acide oxalique.

$$E_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = \frac{E_{\text{NaOH}} \cdot m_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}}{m_{\text{NaOH}}}$$

3.5. Solutions

3.5.1. Solutions. Expression de la concentration. Détermination du titre d'une solution

Une solution est un système dispersé constitué de deux ou plusieurs composants divisés moléculairement l'un dans l'autre.

Le composant qui se trouve dans une grande quantité s'appelle *solvant* ou *phase dispersante*, tandis que celui en petite quantité, s'appelle *solvat*, *soluté* ou *phase dispersée*.

L'eau est le solvant le plus utilisé à cause de ses propriétés spéciales (une grande polarité, une constante diélectrique élevée etc.).

Le rapport entre la quantité de solvant et celle de solvat est exprimé par la concentration.

On entend par concentration d'une solution la quantité d'une substance dissoute dans l'unité de volume (ou l'unité de poids) de la solution. On adopte en général en tant qu'unité de volume un litre, tout de même on exprime le plus souvent la quantité de la substance dissoute soit en moles, soit en équivalents-grammes. Dans le premier cas, on obtient la concentration molaire ou molarité de la solution; dans le deuxième cas, on établit sa normalité.

On utilise souvent en pratique, les concentrations exprimées en pourcentage, qui représente le nombre de parties (en poids) de la substance dissoute dans 100 parties (en poids) de la solution. Par exemple, si on dit "solution 3% NaCl", cela signifie que 100 g de cette solution contiennent 3 g de NaCl et 97 g d'eau.

En analyse volumétrique, on exprime par titre les concentrations des solutions étalons, qui représente le nombre de grammes du corps dissous contenus dans 1 ml de solution.

Le passage de l'une de ces concentrations à l'autre n'est pas difficile. Il faut simplement connaître quelle est la masse moléculaire de la substance et aussi son équivalent.

Soit M la masse molaire d'une substance dissoute; V , le volume de la solution exprimé en litres; m , la masse de la substance dissoute. La concentration molaire est alors :

$$m = m/M \cdot V$$

et celle normale: $n = m/E_g \cdot V$

Prenons quelques exemples:

1. Quelle est la normalité d'une solution à 20% d'acide sulfurique ayant la densité $\rho = 1,14 \text{ g/cm}^3$

$$\rho = m/V ; V = m/\rho = 100/1,14 = 87,7 \text{ ml}$$

On calcule après combien de grammes d' H_2SO_4 pur contient un litre de cette solution:

$$\begin{array}{rcl} 20 \text{ g } \text{H}_2\text{SO}_4 & \dots\dots\dots & 87,7 \text{ ml solution} \\ x & \dots\dots\dots & 1000 \end{array}$$

$$x = 20000/87,7 = 228 \text{ g } \text{H}_2\text{SO}_4$$

Il reste à calculer combien d'équivalents-grammes représente la quantité trouvée de H_2SO_4 .

$$n = 228/49 = 4,65$$

Donc, une solution à 20% d'acide sulfurique a la normalité 4,65 et la molarité 2,32.

2. Combien faut-il prendre de millilitres d'une solution concentrée d'acide sulfurique de densité $1,84 \text{ g/cm}^3$, contenant 96% de H_2SO_4 pour préparer 5 l d'une solution approximativement 0,1 normal?

Calculons tout d'abord combien il faudra de grammes de H_2SO_4 anhydre pour préparer un volume désiré de solution 0,1 normal. Etant donné que l'équivalent-gramme de H_2SO_4 est égal à $M:2 = 49 \text{ g}$ et que un litre de solution 0,1 n contient 0,1 équivalents-grammes, la quantité totale de H_2SO_4 dont on a besoin est égale à : $x = 0,1 \cdot 49 \cdot 5 \cong 25 \text{ g}$

Calculons ensuite quelle quantité d'acide sulfurique à 96% contient la même quantité de H_2SO_4 anhydre:

$$\begin{array}{rcl} 100 \text{ g d' } \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ 96\%} & \dots\dots\dots & 96 \text{ g } \text{H}_2\text{SO}_4 \\ y \text{ g} & \dots\dots\dots & 25 \text{ g} \end{array}$$

$$y = 25 \cdot 100/96 = 26 \text{ g}$$

Passons maintenant du poids trouvé de l' H_2SO_4 à 96% au volume de cet acide:

$$V = 26/1,84 = 14 \text{ cm}^3$$

Par conséquent, pour préparer 5 litres d'acide sulfurique 0,1 n, il faut mesurer près de 14 cm^3 d'acide 96% à densité 1,84 et le diluer par de l'eau jusqu'à obtention de 5 litres.

3. Jusqu'à quel volume faut-il diluer 50 ml de solution 2n de HCl pour transformer cette solution en solution 0,3 n?

On sait que le produit du volume de la solution par sa normalité représente le nombre d'équivalents-grammes de la substance correspondante contenus dans la solution. Si on dilue celle-ci, son volume et sa normalité seront modifiés, mais le nombre total d'équivalents de la substance dissoute, restera constant. On peut donc utiliser l'équation:

$$n_1 V_1 = n_2 V_2 ; 0,3 V = 50 \cdot 10^{-3} \cdot 2 ; V = 10^{-2} / 0,3 = 0,333 \text{ cm}^3$$

Ainsi, pour transformer une solution 2n de HCl en solution 0,3 n, il faut diluer par de l'eau 0,05 litres de solution 2n jusqu'à ce qu'elle atteigne 0,33 litres.

4. Quelles sont les proportions, en poids et en volume, de deux solutions d'acide nitrique, l'une à 54% ($\rho = 1,33 \text{ g/cm}^3$) et l'autre à 14% ($\rho = 1,08 \text{ g/cm}^3$) qu'il faut mélanger pour obtenir une solution à 20% ?

Désignons le poids de la première solution par x et le poids de la deuxième par y. Le poids total du mélange sera égal à (x + y) g. Calculons combien de grammes de HNO_3 pur (anhydre) contiennent x g de solution à 54% :

100 g de cette solution contiennent 54 g

x g a

$$a = 54 \cdot x / 100 \text{ g HNO}_3 \text{ pur}$$

De même pour la solution à 14%:

100 g sol. 14% contiennent 14 g

y g b g

$$b = 14 \cdot y / 100$$

Donc, $(x + y)$ g de mélange contiennent $(x + y) \cdot 20/100$ g HNO_3 pur.
Mais il reste autant de HNO_3 après le mélange qu'il n'en était au début.

Par conséquent, il faut établir l'équation:

$$\frac{54x}{100} + \frac{14y}{100} = \frac{20(x+y)}{100}$$

$$54x + 14y = 20(x + y) ; \text{ on obtient : } \frac{x}{y} = \frac{20-14}{54-20}$$

Le résultat trouvé montre que pour obtenir une solution à 20% de HNO_3 , il faut prendre $54 - 20 = 34$ unités de poids d'acide à 14% pour $20 - 14 = 6$ unités en poids d'acide à 54%.

À partir de ces rapports en poids, il est facile de passer aux rapports de volume. En effet, 6 g d'acide à 54% occupent un volume de $6/1,33 = 4,5 \text{ cm}^3$ et 34 g d'acide à 14% occupent un volume de $34/1,08 = 31,5 \text{ cm}^3$.

Par conséquent, à chaque volume de $4,5 \text{ cm}^3$ de HNO_3 à 54%, il faut ajouter un volume de $31,5 \text{ cm}^3$ de HNO_3 à 14%.

Connaissant les rapports de volume entre les solutions mélangées, il est facile de calculer quel sera le volume de l'une des solutions que l'on doit prélever afin de le mélanger à un volume donné de l'autre solution.

Ainsi, pour 100 cm^3 de HNO_3 à 54% il faudra prélever $31,5 \cdot 100/4,5$ c'est-à-dire 700 cm^3 de HNO_3 à 14%.

En pratique, lors du calcul des rapports de poids entre les solutions mélangées, on se sert d'un procédé graphique, extrêmement comode présenté sur le schéma ci-dessous:

$$\begin{array}{ccc} 54 & 6 & \text{(c'est-à-dire } 20-14) \\ & 20 & \\ 14 & 34 & \text{(c'est-à-dire } 54-20) \end{array}$$

Comme on le voit d'après ce schéma, on écrit à gauche l'une sous l'autre les concentrations exprimées en pourcentage des deux solutions de base; au centre, on place la concentration finale du mélange obtenu; on place à droite aux extrémités opposées des diagonales (c'est-à-dire en croix), les différences

entre chacune des concentrations initiales et la concentration finale (ou le contraire) on soustrait chaque fois le plus petit nombre du plus grand. Chacune des différences obtenues montre la quantité en poids de celle des solutions dont la concentration exprimée en pourcentage est écrite sur la même ligne horizontale. Le schéma ci-dessus montre que pour 6 unités en poids d'acide à 54%, il faut prendre 34 unités de poids d'acide à 14%.

On peut se servir également du même procédé lors des calculs de dilution des solutions par de l'eau, la concentration en pourcentage correspondant à l'eau, étant égale à zéro.

5. Quelle quantité d'eau faut-il ajouter à 100 cm^3 de H_2SO_4 à 72% ($\rho = 1,63 \text{ g/cm}^3$) pour le transformer en acide à 26% ?

72	26
	26
0	46

Ainsi pour 26 unités en poids de solution d'acide à 72% il faut prendre 46 unités en poids d'eau.

Passons maintenant au rapport de volume:

$$V_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot V_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{26}{1,63} : \frac{46}{1} = 16:46$$

Donc, si 16 cm^3 de H_2SO_4 46 cm^3 de H_2O
 100 cm^3 x

$$x = 4600/16 = 290 \text{ cm}^3$$

Préparation d'une solution titrée et détermination du titre d'une solution

On appelle solutions titrées les solutions de concentration (titre) exactement connue.

Il existe deux méthodes de préparation des solutions titrées:

1.- On met sur une balance analytique une prise d'essai déterminée d'un corps correspondant; on la dissout dans un ballon jaugé, et, en ajoutant de l'eau, on amène le volume de la solution jusqu'au trait de repère. Connaissant le poids du corps dissous (g) et le volume de la solution obtenue (V), il est facile de calculer le titre de cette dernière solution:

$$T = g/V \text{ g/cm}^3$$

Cette méthode est loin d'être toujours applicable. On ne peut l'utiliser pour la préparation des solutions titrées de corps tels que HCl, NaOH etc.

Même si l'on prend une prise d'essai précise de cette solution, il est impossible de calculer combien elle contient de grammes de HCl (il est très volatil). Il en est de même de NaOH qui absorbe avidement la vapeur d'eau et dioxyde de carbone de l'air, ce qui modifie son poids.

On déduit de ces exemples qu'on ne peut préparer de solutions titrées par la méthode susdite que pour les corps qui répondent à une série d'exigences citées plus bas.

Le corps doit être chimiquement pur c'est-à-dire qu'il ne doit pas contenir d'impuretés dans des quantités telles qu'elles puissent influencer la précision des analyses (pas plus de 0,05 à 0,1%).

La composition du corps doit strictement correspondre à sa formule.

Le corps doit être stable lorsqu'on le conserve à l'état solide ou dans la solution, sinon la correspondance entre la formule et la composition dont il était question ci-dessus, ne serait plus exacte.

Il est préférable de choisir *des corps dont l'équivalent-gramme soit le plus grand possible*, ce qui permet d'augmenter la précision dans la détermination de la normalité de la solution.

Les substances qui répondent aux exigences indiquées sont appelées *substances de base ou substances étalons*, étant donné que c'est en les utilisant qu'on établit le titre de tous les autres corps.

2. Si un corps ne satisfait pas aux exigences données ci-dessus, on commence par préparer sa solution dont la normalité est approximativement égale à celle demandée. En même temps, on prépare une solution titrée d'une substance de base convenable, en opérant comme cela a été décrit plus haut.

Ensuite, après avoir titré l'une des solutions indiquées par l'autre, et connaissant la concentration de la solution de la substance de base, on calcule la concentration (titre) exacte de la solution du corps considéré.

Dans la volumétrie, on utilise d'habitude des solutions décimales (0,1 n ou 0,02 n).

La commodité de l'emploi de solutions exactement égales à 0,1 n ou à 0,02 n, consiste en ce que pour des normalités identiques des solutions les réactions se produisent entre des volumes égaux de celles-ci.

Partie expérimentale

Détermination du titre d'une solution de NaOH 0,1 n

On utilise en tant que substance de base l'acide oxalique. La réaction de neutralisation par le NaOH est faite en présence de la phénolphthaléine comme indicateur, qui a une coloration rouge en milieu basique est elle devient incolore en milieu acide.

Mode opératoire

Matériaux nécessaires:

- | | |
|--------------------------------------|---|
| -burettes | - H_2SO_4 96%; $\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$ |
| -flacons Erlénmeyer | - $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ (cristaux) |
| -ballons jaugés à 100 cm^3 | -NaOH (solide) |
| | -phénolphthaléine |

On prépare tout d'abord la solution approximativement 0,1 n de NaOH. Pour cela on pèse sur un verre de montre (préalablement pesé) une quantité de NaOH calculée nécessaire à la préparation de 100 cm^3 de solution 0,1 n. On le transfère à l'aide d'un jet d'eau d'une pissette dans un ballon

jaugé de 100 cm^3 . On la dilue dans l'eau distillée jusqu'à ce que celle-ci atteigne le trait de repère et on mélange soigneusement la solution.

Lorsqu'on détermine le titre de cette solution, on peut procéder au titrage de deux manières différentes:

1. On dissout une prise d'essai (c'est-à-dire une quantité calculée et pesée rigoureusement correspondante à un volume connu de solution- disons 100 cm^3) de la substance de base (acide oxalique) dans un ballon jaugé. On la dilue dans l'eau distillée jusqu'à ce que celle-ci atteigne le trait de repère et on mélange soigneusement la solution. On la verse dans une burette jusqu'à la division zéro. C'est d'ici qu'on prélève des différentes portions de la solution qui contiennent une partie déterminée de la prise d'essai ou, comme on dit, une partie aliquote, puis on titre ces portions à une solution de NaOH.
2. On peut prendre différentes prises d'essai de $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (qui correspond théoriquement à un volume approximative de $10\text{-}20\text{ cm}^3$ d'acide oxalique $0,1\text{ n}$) et après avoir dissous chacune d'entre elles dans un volume d'eau quelconque, titrer entièrement les solutions obtenues. C'est cette méthode qu'on utilise puisqu'elle fournit des résultats plus précis, en éliminant la mesure du volume plusieurs fois.

Pour cela on pèse une quantité de $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ comprise entre $0,1\text{ g-}0,126\text{ g}$ (de telles quantités sont suffisantes pour préparer des volumes de solutions raisonnables – $15\text{-}20\text{ cm}^3$).

On transfère la quantité pesée quantitativement à l'aide d'un entonnoir dans un Erlenmeyer. Le volume d'eau distillée utilisée pour dissoudre la prise d'essai n'importe pas, puisqu'on connaît précisément la substance étalon. On chauffe le ballon légèrement (à 80°C) pour éliminer le CO_2 éventuellement dissous. On y ajoute 2-3 gouttes de la phénolphtaléine et on titre par la

solution de NaOH approximative 0,1 n qu'on a versée entre temps dans une burette.

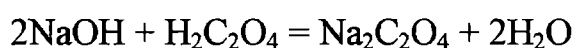
Attention! Noter avant le titrage le volume de la solution.

Le titrage se fait avec soigne en ajoutant goutte à goutte de NaOH 0,1 n jusqu'au point d'équivalence, c'est-à-dire jusqu'à ce que la couleur de la solution devient rose. Si la coloration disparaît, la goutte ajoutée en plus provoquera un rosissement persistant de la solution. On lit à nouveau le volume. La différence entre ces deux repères constitue le volume de NaOH utilisé pour neutraliser la quantité d'acide oxalique pesé.

Attention! Lorsqu'on fait la lecture il est indispensable de veiller à ce que l'oeil soit placé au niveau du ménisque.

Il faut répéter au moins deux fois la détermination, en pesant une autre quantité d'acide oxalique. Si le travail est bien fait, on obtient une différence de quelques centièmes de cm^3 lors des lectures (elles ne doivent pas dépasser $0,1 \text{ cm}^3$).

Pour le calcul procédons de la manière suivante: disons qu'on a pesé 0,12 g $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et qu'on a titré cette quantité à 18 cm^3 NaOH ~0,1 n. Suivant l'équation de la réaction chimique:



40 g NaOH.....63,034 g $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

x.....0,12 g

$$x = 0,077 \text{ g NaOH}$$

Comme 0,077 g NaOH se trouvent dans le volume de 18 cm^3 ,

$$T_{\text{exp}} = 0,077/18 = 0,0042 \text{ g/cm}^3$$

Le titre théorique pour une solution de NaOH 0,1 n est 0,004 g qu'on le calcule tout simplement tenant compte de la définition de la normalité:

4 g (0,1 Eg NaOH)..... 1000 cm^3

T_t 1 cm^3

$$T_t = 0,004 \text{ g/cm}^3$$

D'où le facteur de correction:

$$F = T_{\text{exp}}/T_t = 0,0042/0,004 = 1,05$$

ce qui signifie que notre solution est un peu plus concentrée que celle 0,1 n.

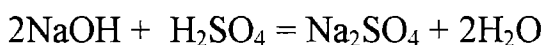
Détermination du titre d'une solution de H_2SO_4 0,1 n

Faire tout d'abord le calcul nécessaire pour préparer un volume de 100 cm^3 de H_2SO_4 0,1 n à partir d'une solution de H_2SO_4 96%.

Prendre à l'aide d'une pipette la quantité respective et transférer-la dans un ballon jaugé de 100 cm^3 . Ajouter de l'eau distillée jusqu'au trait de repère. Agiter bien pour homogénéiser la solution. Mettre-la dans une burette et ramener à zéro le niveau du liquide.

Cette fois-ci on prend comme solution de base celle de NaOH dont on vient de déterminer le titre.

En s'appuyant sur l'équation de la réaction de neutralisation :



on procède de la manière suivante: on prélève une prise d'essai de NaOH 0,1n dans un Erlenmeyer (disons 20 cm^3), mesurée avec exactité à la burette , on y ajoute 2-3 gouttes de la phénolphthaléine et on titre par la solution de H_2SO_4 ~0,1n. Cette fois-ci le point d'équivalence sera marqué par la disparition de la coloration rouge.

Supposons qu'on a titré avec 22 cm^3 H_2SO_4 . Le calcul, en s'appuyant sur l'équation de la réaction chimique est le suivant:

$$40 \text{ gNaOH} \dots\dots\dots 49 \text{ g H}_2\text{SO}_4$$

$$T_{\text{exp}}.20 \dots\dots\dots y$$

$$y = 0,0042.49.20/40 = 0,1029 \text{ g}$$

$$T_{\text{exp}}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1029/22 = 0,0046 \text{ g/cm}^3$$

$$F = T_{\text{exp}}/T_t = 0,0046/0,0049 = 0,938$$

ce qui signifie que notre solution est un peu plus concentrée que celle 0,1 n.

3.5.2. Détermination de la conductibilité électrique des solutions d'électrolytes

La conductibilité électrique ou la conductance représente la propriété des corps d'être traversés d'un courant électrique sous l'action d'une tension électrique continue.

La propriété inverse de la conductibilité est appelée *la résistance* (mesurée en Ω).

La résistance d'un conducteur est directement proportionnelle à la longueur et inversement proportionnelle à sa section :

$$R = \rho \frac{l}{s} \quad (1)$$

Le coefficient de proportionnalité, ρ , est appelé *résistance spécifique*, ou *résistivité*.

La propriété inverse à la résistance spécifique, $\gamma = 1/\rho$, est appelée *la conductibilité spécifique ou la conductivité* et on la mesure en $\Omega^{-1}\text{m}^{-1}$.

D'après la valeur de la conductibilité spécifique, les substances ont été classifiées en trois groupes:

- des conducteurs $\gamma = 10^6 - 10^2 \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$
- des semi-conducteurs $\gamma = 10^2 - 10^{-8} \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$
- des isolateurs $\gamma < 10^{-8} \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$

Selon le mécanisme de transport du courant électrique, les conducteurs se partagent en deux groupes:

-des conducteurs de premier ordre, auxquels le transport de l'électricité est fait par les électrons (les métaux);

-des conducteurs de seconde ordre, auxquels le transport de l'électricité est fait avec du transport de masse, à l'aide des ions (les sels ou les bases purs fondus et les solutions d'électrolytes).

La conductibilité des solutions d'électrolytes

Les électrolytes sont des substances formées d'ions ou de molécules polaires qui se dissocient en ions quand on les dissout dans des solvants polaires.

On distingue, en solution aqueuse:

- des électrolytes forts, complètement dissociés;
- des électrolytes faibles, partiellement dissociés;

Dans le cas des électrolytes faibles, la dissociation, limitée par la réaction inverse, aboutit à un état d'équilibre, auquel la loi d'action de masse est applicable.

La conductibilité électrique des solutions d'électrolytes dépend de la nature des ions, de la température et de la concentration.

La dépendance de la température est éliminée en faisant les expériences à la température constante.

L'influence de la nature des ions se manifeste par la mobilité des ions qui représente la vitesse des ions sous l'action d'un champ électrique d'intensité égale à l'unité.

Pour comparer la conductivité électrique d'un électrolyte en solutions de diverses concentrations, on introduit *la conductibilité équivalente*, λ , qui représente le rapport entre la conductivité et la concentration normale de la solution:

$$\Lambda = \gamma / c \quad (\Omega^{-1} \text{cm}^2)$$

où la concentration est exprimée en équivalents-grammes/cm³ et la conductivité, γ , est exprimée en $\Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$ (on utilise *cm* au lieu de *m* à cause de petites valeurs de la conductibilité équivalente des électrolytes). La conductibilité équivalente croît avec la dilution et tend vers une valeur limite, appelée *conductibilité équivalente à dilution infinie*, λ_{∞} .

Le rapport entre la conductibilité équivalente et la conductibilité équivalente à dilution infinie est égal au coefficient d'ionisation:

$$\alpha = \lambda / \lambda_{\infty}$$

Partie expérimentale

On détermine la conductibilité, la conductibilité spécifique, la conductibilité équivalente et le coefficient d'ionisation pour des solutions d'acide chlorhydrique et d'acide acétique de concentrations suivantes: 0,1 n; 0,01 n et 0,001 n.

Les solutions respectives sont préparées dans des ballons jaugés de 100 cm³, en utilisant HCl conc. (c = 37%; $\rho = 1,19 \text{ g/cm}^3$) et CH₃COOH glacial (c=98%; $\rho = 1,055 \text{ g/cm}^3$).

On mesure la conductibilité électrique (en Siemens = Ω^{-1}) à l'aide d'un conductomètre OK 102-1.

Mode opératoire

L'appareil utilisé est représenté dans la figure 51.

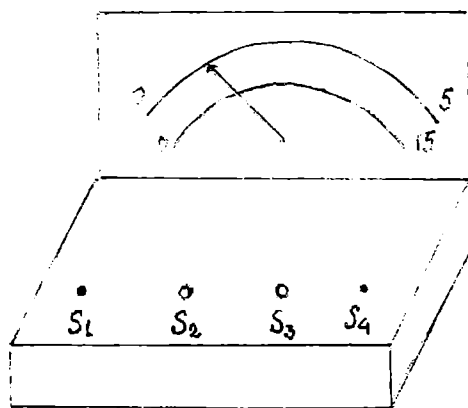


Fig.51 Conductomètre

On connecte l'appareil à la source de courant continu. On ouvre le bouton S₁; à ce moment-ci la lampe L₁ s'allume. On attend 10-15 minutes puis on tourne le bouton S₂ à la position qui correspond à 500 mS. Par la rotation du potentiomètre S₃, on fait coïncider l'aiguille indicatrice avec le triangle rouge de l'échelle. L'aiguille indicatrice se déplace seulement quand on presse le bouton S₄.

Cette opération de calibration sera répétée, cette fois le bouton S_2 étant à la position 500 μS .

Après la calibration de l'appareil on peut commencer la détermination de la conductibilité des solutions.

Pour cela, les solutions d'acides seront renversées dans des béchers de 100 cm^3 , propres et secs. L'électrode préalablement lavée avec de l'eau distillée et de l'alcool et puis séchée, est introduite dans la solution. On pose le bouton S_2 à la position 500 mS et puis on le tourne jusqu'on obtient à l'échelle de l'appareil une valeur convenablement à lire. On vérifie à nouveau la calibration de l'appareil en appuyant sur le bouton S_4 . Si l'aiguille indicatrice ne se superpose au triangle rouge, elle sera passée à cette position à l'aide du bouton S_3 . Après la libération du bouton S_3 , on lit la valeur exacte de la conductibilité. On observe qu'il y a deux échelles qui permettent de lire la conductibilité: l'une est graduée de 0 à 5, et l'autre est graduée de 0 à 15. Quand le bouton S_2 est fixé aux positions 500, 50, 5 mS (μS), on lit sur l'échelle 0-5 et quand le bouton S_2 est fixé aux positions 150, 15, 1,5 mS (μS), on lit sur l'échelle 0-15.

On observe que la relation (1) permet de calculer la conductibilité spécifique γ d'une solution d'électrolyte si l'on connaît la conductibilité $1/R$ (lue à l'appareil) et le rapport $k = l/s$, appelé *constante de la cellule* :

$$\gamma = \frac{1}{R} \cdot \frac{l}{s} = \frac{1}{R} \cdot k \cdot \Omega^{-1}\text{cm}^{-1} \quad (2)$$

La constante est déterminée d'habitude, au début des déterminations, en mesurant la conductibilité d'une solution dont la conductibilité spécifique, à la température ambiante, est connue.

Pour cela, on utilise KCl dont la conductibilité spécifique, pour quelques concentrations, est donnée dans le tableau suivant:

Conductibilités spécifiques des solutions de KCl en $\Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$

c	t°C	0	18	20	25
1 n		0,06541	0,09820	0,10202	0,11777
0,1 n		0,00715	0,01119	0,01167	0,01288
0,001 n		0,000775	0,001224	0,001276	0,001411

On utilise d'habitude KCl 0,1 n. En connaissant la valeur pour la conductibilité de KCl 0,1 n (lue à l'appareil), on peut calculer la valeur pour la constante k d'après la relation (2). En utilisant maintenant cette valeur de k , on trouve les valeurs de la conductibilité spécifique, γ , des solutions de HCl et de CH_3COOH .

Après la détermination des valeurs de la conductibilité spécifique, on peut calculer les valeurs de la conductibilité équivalente, λ .

Comme les valeurs pour la conductibilité équivalente à la dilution infinie, λ_∞ , pour HCl et CH_3COOH , sont:

$$\lambda_\infty (\text{HCl}) = 426,16 \Omega^{-1}\text{cm}^2 \text{ et } \lambda_\infty (\text{CH}_3\text{COOH}) = 350 \Omega^{-1}\text{cm}^2$$

on calcule le coefficient d'ionisation pour les solutions utilisées.

Les résultats obtenus sont inclus dans le tableau suivant:

Solution	1/R ($\Omega^{-1} = \text{S}$)	$\gamma = 1/R.k$ ($\Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$)	$\lambda = \gamma/c$ ($\Omega^{-1}\text{cm}^2$)	$\alpha = \lambda/\lambda_\infty$
----------	-------------------------------------	---	--	-----------------------------------

3.5.3. Solutions colloïdales

Les systèmes colloïdaux ou tout simplement les colloïdes, sont d'habitude systèmes binaires, qui apparaissent, à l'oeil nu, comme des systèmes homogènes, bien que les composants ne soient pas mélangés moléculairement.

On distingue ici, comme pour les vraies solutions, *un milieu de dispersion et une phase dispersée*.

La phase dispersée est composée par de particules colloïdales ayant des dimensions comprises entre 1 μ et 100 μ .

Les systèmes disperses où les particules dépassent 100 μ en diamètre, sont des systèmes de dispersion mécanique ou *des suspensions* et ceux où les particules dispersées sont plus petites que 1 μ , sont des systèmes de dispersion moléculaires (*les solutions*).

Pour classer les solutions colloïdales, on fait appel à diverses caractéristiques. Souvent on utilise la classification basée sur l'état d'agrégation de la phase dispersée et du milieu de dispersion.

W.Ostwald subdivisa tous les systèmes colloïdaux en huit types différents. Le symbole G désigne la phase gazeuse, le symbole L, la phase liquide et le symbole S, la phase solide.

Les différents types de solutions colloïdales sont indiqués dans le tableau donné ci-dessous :

Classification des systèmes colloïdaux

État d'agrégation de la phase du milieu de dispersée dispersion		Exemples
L	G	Brouillard
S	G	Aérosols: fumée, poussières
G	L	Mousses
S	L	Solution colloïdale d'or, de soufre etc, dans un liquide
L	L	Emulsions: huile dans l'eau
G	S	Mousses solides
L	S	Emulsions solides
S	S	Verre rubis-particules d'or dispersées dans le verre, ultramarine- particules de soufre dans des silicates

Les plus répandus sont les systèmes colloïdaux où le milieu de dispersion est liquide. Ceux-là sont les *solutions colloïdales* ou les *sols*.

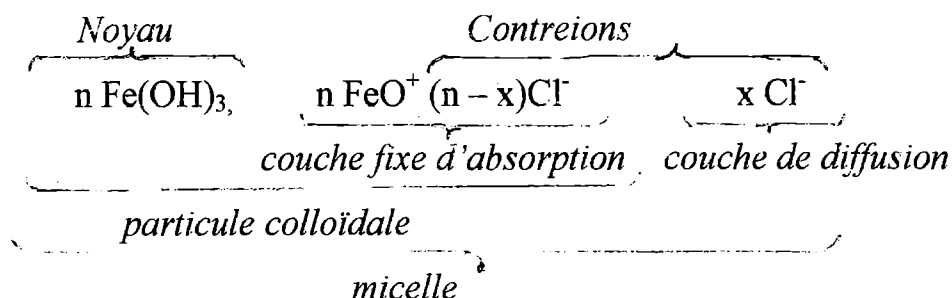
Si le milieu de dispersion est l'eau, les systèmes disperses sont appelés *hydrosols*; si c'est l'alcool, sont *alcoosols* etc.

Comme le degré de dispersion des particules est grand, les solutions colloïdales présentent toutes les caractéristiques spécifiques qui se produisent sur la surface de séparation de deux phases, tel que le processus d'absorption de diverses substances sur les particules colloïdales (exemple, l'absorption des molécules du solvant).

Les colloïdes qui absorbent les molécules du solvant s'appellent *liofiles*, tandis que ceux qui n'absorbent pas, sont *liofobes*.

Si on absorbe des ions, les particules s'en chargent positivement ou négativement.

Dans le schéma ci-dessous, on présente la structure d'une micelle d'hydroxyde de fer (III):



où m = nombre de molécules qui forment la micelle

n = nombre d'ions absorbés

$(n-x)$ = nombre de contreions dans la micelle

x = nombre de contreions dans la couche diffuse

L'absorption sélective des ions d'une solution explique donc l'apparition des charges électriques des particules colloïdales et explique aussi leur stabilité.

Les particules colloïdales chargées de même signes, se repoussent, ne permettant ni la collision, ni l'agglomération ou la sédimentation.

En supprimant la charge des particules colloïdales, on peut provoquer la coagulation du colloïde.

Préparation des solutions colloïdales

Il y a deux types distincts de méthodes pour préparer les colloïdes:

1.- par dispersion de grosses particules aux autres plus petites dans un solvant où la phase disperse est peu soluble (la méthode de dispersion);

2.- par agglomération des molécules ou des ions jusqu'on arrive aux dimensions désirées (1-100 mμ) (la méthode de condensation).

La préparation des colloïdes par la méthode de condensation peut se réaliser de plusieurs manières:

a. par condensation proprement dite, c'est-à-dire par évaporation de la substance et par création ultérieure des conditions nécessaires à la formation de petites particules.

b. par changement du solvant où la substance n'est plus soluble.

c. par réactions chimiques en solution où les substances formées ne sont plus solubles.

La méthode (a) consiste dans l'évaporation dans le vide des composants du système (phase dispersante et disperse) suivie par la condensation de la vapeur de ces substances sur une surface refroidie à l'air liquide.

Par la méthode (b) on peut obtenir des colloïdes en introduisant un petit volume d'une solution colloïdale dans un solvant qui est miscible avec le premier, mais qui ne rend pas soluble la substance dispersée.

La plus utilisée est la méthode par réactions chimiques. Le colloïde se forme même dans le liquide où il y a la réaction chimique.

Partie expérimentale

Expérience 1. Préparation du sol du colophane

On prépare une solution éthanolique de colophane 2% (10 cm^3) et on la verse goutte à goutte, sous forte agitation, dans un grand volume d'eau distillée. Il y a formation d'un précipité opalescent, aux propriétés lyofobes.

Expérience 2. Préparation d'un sol de soufre

On peut préparer une solution de soufre dans l'alcool éthylique par macération prolongée (5 g de soufre dans 25 cm^3 d'alcool). On filtre le soufre resté solide. On verse, goutte à goutte, 5 cm^3 de filtrat dans 25 cm^3 d'eau distillée. Le soufre y s'insolubilise, en formant de petites particules colloïdales chargées négativement.

Expérience 3. Préparation du soufre colloïdal à partir du thiosulfate de sodium

On mélange, dans une éprouvette, 5 cm³ d'une solution de thiosulfate de sodium avec quelques gouttes d'acide sulfurique. Il y a formation du soufre colloïdal.

Expérience 4. Préparation d'hydroxide de fer (III) colloïdal

On chauffe, dans un Erlenmeyer, jusqu'à ébullition, de l'eau distillée (40 cm³). En éloignant la flamme (le vase reste sur la grille amiantée), on verse, goutte à goutte, dans l'eau chaude, une solution de FeCl₃ 2% (7 cm³). Au bout de quelques minutes d'ébullition, il apparaît un sol rouge d'hydroxyde ferrique, comme résultat de l'hydrolyse du FeCl₃. Le sol formé est gardé pour effectuer d'autres expériences.

Expérience 5. Purification des solutions colloïdales par dialyse

La dialyse est le processus de séparation d'un colloïde d'une solution, en s'appuyant sur la différence de comportement vis-à-vis d'une membrane demiperméable. Les particules colloïdales ne passent pas à travers la membrane, tandis que , celle de la solution, le fait. Dans la fig.52 est donné le schéma d'un dialyseur.

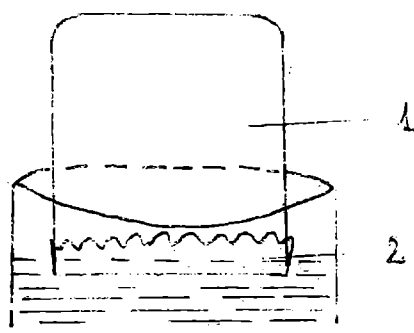


Fig. 52. Schéma d'un dialyseur

Le dialyseur est formé d'un vase (1) prévu d'une membrane perméable (exemple cellophane) (2).

Dans ce travail, on dialyse le sol d'hydroxyde ferrique préparé préalablement.

Pour cela, on introduit dans le vase (1), qui est plongé dans un cristalliseur où il y a de l'eau distillée, le sol d'hydroxyde ferrique (20-25cm³). Après 10 minutes, on vérifie dans l'eau du cristalliseur la réaction de l'ion Cl⁻ avec de AgNO₃. L'apparition d'un précipité blanc montre la diffusion des ions Cl⁻ par la membrane, processus qui implique aussi la purification du colloïde.

Expérience 6. Détermination du signe de la charge électrique des particules colloïdales par analyse capillaire

La présence de la charge électrique des particules colloïdales, peut être mise en évidence soit par le processus d'électrophorèse (le déplacement des particules colloïdales vis-à-vis du milieu de dispersion sous l'influence d'un champ électrique constant, soit par l'étude de leur comportement vis-à-vis d'une surface chargée électriquement d'un papier filtre).

Si on plonge du papier filtre dans l'eau, à cause des forces dues à la tension superficielle, l'eau monte dans des capillaires du papier. La paroi de cellulose se charge négativement, tandis que l'eau qui vient en contact avec elle, se charge positivement.

Ainsi, si on introduit du papier filtre dans un hydrosol, l'eau qui constitue le milieu de dispersion montera à travers des capillaires du papier. Les particules colloïdales chargées positivement seront attirées par les parois négatives de capillaires, en les neutralisant. En supprimant la charge électrique des particules colloïdales, celles-là se déposeront à la partie inférieure du papier.

Au bout de quelques minutes, on verra donc, une différence entre le niveau de l'eau qui monte dans des capillaires du papier et le niveau des particules colorées (niveau de la zone colorée).

Si l'hydrosol est constitué par de particules chargées négativement, celles-ci monteront à la fois avec l'eau puisqu'elles ne sont pas attirées par les parois des capillaires. Dans ce cas-là, il y aura une petite distance entre le niveau de l'eau dans des capillaires et, le niveau de la zone colorée.

Matériaux nécessaires:

- | | |
|-------------------------------|----------------------------|
| - statif | - sol d'hydroxyde ferrique |
| - une longue baguette | - rouge de Congo |
| - des bandes de papier filtre | - bleu de méthyle |
| - verres de montre | - acide picrique |

Mode opératoire

On introduit les bandes de papier filtre sur la baguette, comme dans la fig.53. On les plonge dans les solutions colloïdales qui se trouvent sur des verres de montre. Au bout de 10 minutes, on observe que les particules colloïdales ont migré dans des capillaires du papier filtre. En mesurant le niveau de l'eau et celui de particules colloïdales on peut déterminer leurs signe.

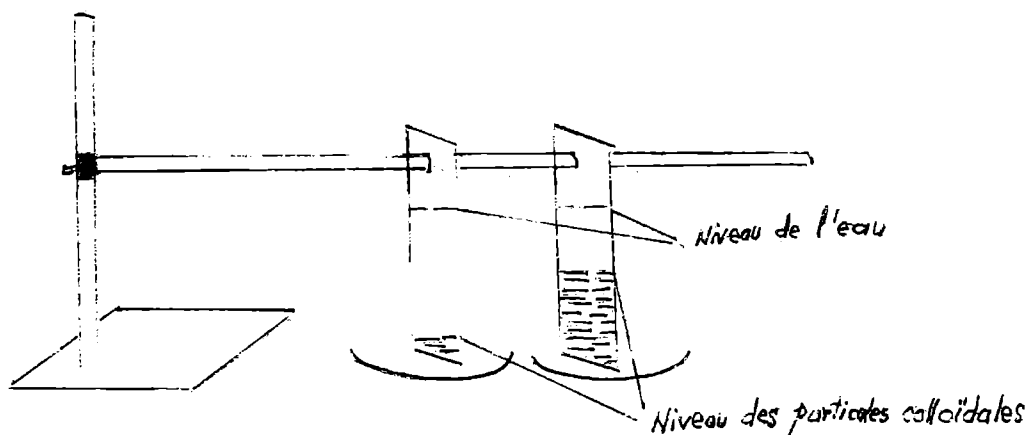


Fig.53. Montage pour déterminer le signe de la charge d'une particule colloïdale

3.6. Effets thermiques

Dans tout système où il y a des transformations chimiques ou physiques, se produisent aussi des changements énergétiques.

Pour la plupart des réactions chimiques, l'énergie chimique est transformée en énergie calorique, processus qui est extériorisé soit par un dégagement de chaleur (réactions exothermiques), soit par une absorption de chaleur (réactions endothermiques).

La quantité de chaleur qui est dégagée ou absorbée par un système au cours d'un processus s'appelle *l'effet thermique* de ce processus.

D'habitude, cet effet est rapporté à une mole de substance transformée et il s'exprime en kJoules.

Il y a plusieurs types d'effets thermiques, à savoir : effet thermique de formation ou chaleur de formation (c'est la chaleur dégagée ou absorbée à la formation d'une mole de substance par voie directe; cette chaleur est égale et contraire comme signe à la chaleur de décomposition), chaleur de dissolution, de neutralisation, d'hydratation etc.

Dans ce travail on va déterminer:

- la constante du calorimètre;
- la chaleur de dissolution et d'hydratation d'un sel anhydre;
- la chaleur de dissolution d'un sel hydraté;
- la chaleur de neutralisation d'une base forte par un acide fort.

Détermination de la constante du calorimètre

À l'introduction d'un corps chaud dans un calorimètre qui contient de l'eau, sa chaleur est prélevée non seulement par l'eau mais aussi par le calorimètre, par l'agitateur et par le thermomètre. C'est pour cela qu'il faut

déterminer la capacité calorique du système calorimétrique ou autrement dit la constante du calorimètre.

Mode opératoire

On met dans le calorimètre 50 cm³ d'eau distillée et on mesure sa température (t_1). On y ajoute rapidement 30 cm³ d'eau distillée chauffée préalablement à la température t_2 (environ 90 °C). Après l'agitation du contenu du calorimètre (qui est bouché au thermomètre), on lit la température t_3 .

La constante k du calorimètre peut être déterminée en utilisant l'équation calorimétrique suivante:

$$30(t_2 - t_3) = (t_3 - t_1)(50 + k)$$

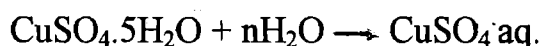
On prend comme l'unité, la chaleur spécifique de l'eau. De cette manière, on détermine la constante du calorimètre en grammes, comme équivalent en eau du calorimètre.

La constante finale k utilisée est la valeur moyenne obtenue d'après trois ou quatre déterminations.

Détermination de la chaleur de dissolution et d'hydratation

du CuSO₄ anhydre

En introduisant du CuSO₄ anhydre dans l'eau, deux processus se produisent: un, c'est l'hydratation du CuSO₄ anhydre qui passe en CuSO₄.5H₂O, suivi par sa dissolution, processus représentés comme suit:



L'effet thermique entier (Q_1) sera donc la somme entre la chaleur d'hydratation du CuSO₄ anhydre (Q_3) et la chaleur de dissolution de CuSO₄.5H₂O (Q_2).

Mode opératoire

On introduit, tout d'abord, dans le calorimètre, 60 cm³ d'eau distillée. On lit, d'après 1-2 minutes, la température t_1 . On y ajoute 2,5 - 3 g de CuSO₄

anhydre (pesé à la balance analytique). On agit le contenu du calorimètre et on note la température finale. La valeur prise sera celle restée constante d'après plusieurs secondes (t_2).

L'équation calorimétrique qu'on utilise pour calculer la chaleur impliquée dans le processus est la suivante .

$$q_1 = m_1 (t_2 - t_1) + k (t_2 - t_1)$$

où m_1 = la masse de la solution ; k = constante du calorimètre.

On rapporte la valeur q_1 à une mole et on obtient Q_1 qui n'est qu'autre que la somme de la chaleur molaire d'hydratation et celle de dissolution.

Détermination de la chaleur de dissolution du $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

La chaleur d'hydratation du CuSO_4 anhydre ne peut être déterminée directement, mais par l'intermède de la chaleur de dissolution du $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (q_2).

Pour déterminer la chaleur de dissolution du CuSO_4 hydraté, on répète les mêmes opérations faites pour le CuSO_4 anhydre, en utilisant cette fois-ci $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

L'équation calorimétrique utilisée est la suivante :

$$q_2 = m_2 (t_2 - t_1) + k (t_2 - t_1)$$

où m_2 = la masse de la solution ; t_1 = la température de l'eau;

t_2 = température de la solution;

On rapporte de nouveau à une mole de sulfate de cuivre, mais cette fois à celui hydraté.

La différence entre la chaleur de dissolution et d'hydratation du CuSO_4 anhydre, Q_1 , et celle de dissolution du CuSO_4 hydraté, Q_2 , correspond à la chaleur d'hydratation du CuSO_4 anhydre: $Q_3 = Q_1 - Q_2$

Détermination de la chaleur de neutralisation

On introduit dans un calorimètre 50 cm^3 de HCl 0,5 n et dans un autre 50 cm^3 NaOH 0,5 n. On note la température initiale de l'acide (t_2) et celle de la base (t_1). On verse la solution de NaOH dans le calorimètre où il y a HCl .

Après agitation on note la température maximale obtenue à la suite de la réaction de neutralisation.

Si on considère les chaleurs spécifiques des solutions égales à l'unité , on peut écrire :

$$Q = (t_3 - t_1)50 + (t_3 - t_2)(50 + k)$$

Rapportée à une mole soit d'acide, soit de base, on obtient la chaleur molaire de neutralisation d'un acide fort par une base forte.

3.7.Cinétique chimique

Définition de la vitesse de formation d'un corps

Si la quantité d'un corps formé au cours d'une réaction s'accroît de Δn (n = nombre de moles) pendant un intervalle de temps Δt , la vitesse moyenne de formation du corps dans l'intervalle de temps considéré est:

$$v_m = \Delta n / \Delta t$$

Dans le système international d'unités v_m s'exprime en mol.s^{-1} .

Si l'accroissement Δn est mesuré pendant des durées Δt de plus en plus faibles, la vitesse moyenne de formation du corps tend vers une valeur limite v , appelée *vitesse instantanée* de formation du corps:

$$V = \lim_{\Delta t \rightarrow 0} (v_m = \Delta n / \Delta t) \text{ soit } v = dn/dt$$

Généralement, quand on parle de la vitesse instantanée de formation d'un corps, on dit simplement vitesse de formation du corps. Donc, la vitesse de formation d'un corps à la date t est, par définition, égale à la dérivée par rapport au temps de la quantité de ce corps présente à la date t .

Facteurs influant sur la cinétique d'une réaction chimique

Plusieurs facteurs influent sur la vitesse de formation d'un corps à savoir: concentration des réactifs, température, catalyseur.

La vitesse de formation d'un corps en solution aqueuse augmente quand les concentrations des réactifs augmentent elles aussi.

La vitesse croît aussi quand la température s'élève. L'influence de la température sur la vitesse de réaction est exprimée par la loi d'Arrhenius:

$$k = A \cdot e^{-E_a/RT}$$

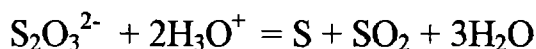
où k = la constante de la vitesse; E_a = l'énergie d'activation

Aux travaux pratiques on détermine l'énergie d'activation pour la réaction de dismutation de l'ion thiosulfate en milieu acide.

Réaction qualitative

Dans un bécher qui contient 25 cm³ solution de thiosulfate de sodium 0,1 m on ajoute 25 cm³ d'acide sulfurique 0,1 m. Au bout de plusieurs secondes on constate que la solution du bécher se trouble et bleuit légèrement. D'après quelques minutes il y a formation d'un précipité jaune de soufre qui se dépose au fond du récipient.

L'équation de la réaction chimique s'écrit:



La réaction de dismutation des ions thiosulfates en milieu acide est une réaction suffisamment lente pour que l'observateur puisse en suivre l'évolution à l'oeil nu.

Mode opératoire

Dans une éprouvette du thermostat on verse 25 cm³ de solution de thiosulfate de sodium (Na₂S₂O₃) 0,1 m. On verse dans l'autre éprouvette 25cm³ d'acide sulfurique 0,1 m et on fixe la température à l'aide du thermomètre de contact. Quand la température atteint la valeur fixée, on mélange les deux solutions. On mesure le temps passé dès le moment où on

mélange les solutions jusqu'à l'apparition du soufre colloïdal. On répète l'expérience pour encore trois ou quatre températures. Les résultats seront enregistrés dans le tableau suivant:

T (K)	1/T	Temps, t (s)	$\lg(1/t) = -\lg t$
-------	-----	--------------	---------------------

L'équation d'Arrhenius peut être écrite sous la forme :

$$\lg k = \lg A - \frac{E}{2,303RT}$$

qui représente l'équation d'une droite en coordonnée $\lg k$ et $1/T$.

Si on considère $\lg k \sim \lg 1/t$, on peut représenter $\lg k$ en fonction de $1/T$.

En déterminant la tangente de la droite, on peut calculer l'énergie d'activation.

3.8. Lois fondamentales de la chimie

Loi de Lavoisier ou loi de la conservation de la matière

On peut démontrer expérimentalement que, lorsque deux ou plusieurs corps réagissent entre eux, il n'y a aucune variation de leur masse totale.

Autrement dit, *dans n'importe quel processus chimique, la masse des substances qui se combinent reste constante.*

Cette loi fait possible l'écriture des équations chimiques.

Mais, elle est considérée une loi approchée. En effet, une réaction chimique est généralement accompagnée de dégagement ou d'absorption d'énergie. Or, si de l'énergie apparaît, de la masse a dû disparaître.

La masse des produits de réaction sera donc légèrement inférieure à celle des composants, si les produits se forment avec dégagement de chaleur.

Mais, l'erreur commise en appliquant purement et simplement la loi de Lavoisier est si faible qu'elle échappe à toutes les mesures directes.

Cette loi n'est plus donc valable pour les réactions nucléaires où la variation de la masse est considérable.

Loi de Proust ou loi des proportions définies

Une molécule stable est toujours formée d'un nombre bien déterminé d'atomes du chaque élément component. Comme ceux-ci entrent dans la composition de la molécule avec leurs masses caractéristiques, *les composants devront toujours s'unir dans le même rapport de masse pour former un même composé défini.*

Par exemple, 24 g de magnésium exigent toujours pour brûler 16 g d'oxygène et le résultat de la combustion est de l'oxyde de magnésium (de la magnésie), la quantité en excès de chaque élément reste libre

Cette loi des proportions définies peut servir à différencier les vraies combinaisons d'avec simples mélanges qui peuvent se faire en proportions quelconques.

Loi de Dalton ou loi des proportions multiples

Supposons maintenant qu'un atome ou groupe d'atomes d'un genre puisse s'unir à un ou plusieurs atomes d'un autre genre; on obtient ainsi plusieurs combinaisons; mais les quantités du second corps qui s'uniront au même atome ou groupe d'atomes du premier, ne pourront être qu'un nombre entier d'atomes.

Donc, les masses d'un second corps qui s'uniront à une même masse d'un premier pour former plusieurs composés seront entre elles dans des rapports simples.

Prenons comme exemple les oxydes d'azote.



N_2O_2	14 g N_2	2 x 8 g O_2
N_2O_3	14 g N_2	3 x 8 g O_2
N_2O_4	14 g N_2	4 x 8 g O_2
N_2O_5	14 g N_2	5 x 8 g O_2

On voit bien que les quantités différentes d'oxygène qui se combinent au même quantité d'azote se trouvent entre elles dans les rapports de 1:2:3:4:5.

La conséquence de ces lois s'est la notion d'équivalent chimique.

Loi de Gay Lussac ou loi des volumes constants

Quand deux gaz se combinent intégralement, ils le font toujours suivant un rapport très simple de volume et si le composé obtenu est lui-même gazeux à la température de l'expérience, son volume est également dans un rapport très simple avec celui des constituants.

Vérification pratique de la loi des proportions définies.

Déduction de la formule de l'oxyde de Cu(I) et de l'oxyde de Cu(II)

Aux travaux pratiques on vérifie la loi des proportions multiples, en déterminant le rapport de masse entre le cuivre et l'oxygène dans les oxydes de Cu(I) et Cu(II).

Pour déduire les formules de ces deux oxydes et par suite les rapports de masse, les oxydes seront réduits en courant continu d'hydrogène. En sachant les masses des oxydes et du cuivre formé par réduction, on déduit les formules des oxydes.

Le courant continu d'hydrogène est obtenu par l'action d'un acide sur un métal ayant un potentiel électrochimique supérieur à celui de l'hydrogène (Zn, Fe, Al), en se servant d'un appareil de Kipp (figure 54, 1.), constitué par deux flacons tubulés à leur partie inférieure. Les deux tubulures sont réunies par une portion rodée. L'un des deux flacons (1a) contient le métal sur une couche de fragments de verre et est bouché par un tube à dégagement muni

d'un robinet (2). L'autre flacon (1b) est un flacon réservoir à acide. Si on ouvre le robinet, la solution acide baigne le métal et on obtient le courant de gaz. Si on vient de fermer le robinet, l'hydrogène qui continue à se produire et qui ne peut plus sortir, refoule l'acide dans le flacon réservoir. Au laboratoire, on prépare l'hydrogène par l'action d'une solution d'acide chlorhydrique (1:1) sur du zinc ou mieux de l'aluminium.

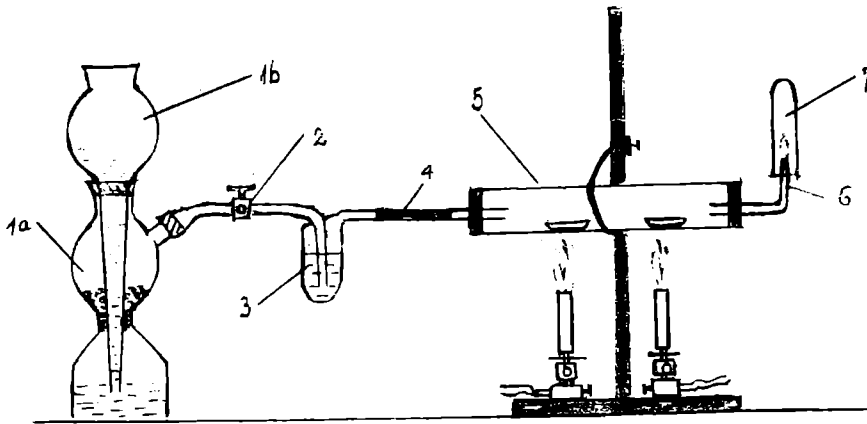


Figure 54. Installation pour vérification de la loi des proportions multiples

- 1- Appareil de Kipp; 2- robinet; 3- laveur; 4- raccord;
5- tube infusible; 6- tube éfilé; 7- éprouvette.

Le courant d'hydrogène est dirigé vers le laveur (3) contenant de l'eau, qui retient les traces d'acide chlorhydrique. Par le raccord (4) on fait entrer l'hydrogène dans le tube (5), confectionné en verre infusible et dans lequel on pose les nacelles contenant les oxydes. Le bout du tube est fermé par un bouchon en caoutchouc, percé d'un tube éfilé (6), permettant le recueil de l'hydrogène.

Mode opératoire

On pèse à la balance analytique m_1 grammes d'oxydes de Cu(I) et m_2 grammes d'oxyde de Cu(II), dans deux nacelles en porcelaine, elles aussi pesées préalablement. On introduit les nacelles dans le tube (5) et ensuite on fait le raccord du tube au laveur (3), lié à son tour à l'appareil Kipp.

On commence à faire produire de l'hydrogène, qui va passer par le tube contenant les nacelles jusqu'à ce que l'air sera complètement éliminé. Le remplissage du tube avec de l'hydrogène est vérifié en collectant du gaz dans une éprouvette (7), ouverture en bas, au bout éfilé (6). Puis on écarte l'éprouvette, en continuant la tenir ouverture en bas et on allume le gaz. Si l'éprouvette contient seulement de l'hydrogène, celui-ci brûle tranquillement. Avec la flamme de l'éprouvette, on fait allumer l'hydrogène au bout éfilé du tube. Il doit brûler tout le temps pendant la réaction de réduction des oxydes de cuivre.

Après avoir fait ces opérations, on commence à chauffer le tube (5), à l'aide de deux becs à gaz, dont les flammes doivent se situer au-dessous des nacelles. L'hydrogène réduit à chaud les oxydes de cuivre à cuivre métallique, rougeâtre.

La réduction terminée, on interrompt le chauffage, on ferme le robinet (2) et après le refroidissement on sort avec beaucoup de soin les nacelles et on les pose dans un dessiccateur. On pèse de nouveau les nacelles contenant cette fois-ci du cuivre métallique.

Les résultats des pesées seront enrigés dans le tableau qui suit.

Nacelle (1)	Nacelle (2)	Oxyde de Cu(I)	Oxyde de Cu(II)	Cu(I)	Cu(II)
a, g	b, g	m_1 , g	m_2 , g	m_1' , g	m_2' g

Les données expérimentales (masse de cuivre et d'oxygène pour une quantité connue d'oxyde) permettent la vérification de la loi des proportions multiples et le calcul de l'équivalent chimique du cuivre dans chaque oxydes.

Ces résultats seront aussi présentés dans un tableau, dont le modèle est donné ci-dessous:

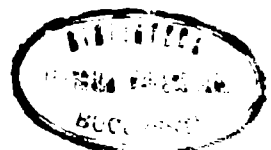
Rapport Cu:O dans l'oxyde de Cu(I)	Rapport Cu:O dans l'oxyde de Cu(II)	Composition % dans l'oxyde de Cu(I) Cu% O%	Composition % dans l'oxyde de Cu(II) Cu% O%	Eg du Cu dans Cu ₂ O	Eg du Cu dans CuO	Formule chimique

Table de matières

	Pag.
1. Normes de sécurité dans le laboratoire chimique.....	1
1.1. Organisation d'un laboratoire de chimie.....	1
1.2. Normes générales de sécurité dans le laboratoire chimique...	1
1.3. Reactifs chimiques et leur manipulation.....	3
1.4. Premiers soins en cas d'accidents.....	7
2. Vases et ustensiles de laboratoire.....	12
3. Travaux pratiques.....	32
3.1. Détermination du point de fusion.....	32
3.2. Solubilité.....	35
3.3. Détermination de la masse moléculaire.....	38
3.3.1. Détermination de la masse moléculaire de dioxyde de carbone.....	38
3.3.2. Détermination de la masse moléculaire par ébulliométrie.....	41
3.4. Détermination de l'équivalent chimique.....	44
3.4.1. Détermination de l'équivalent chimique d'un métal par rapport à l'hydrogène.....	45
3.4.2. Détermination de l'équivalent chimique d'un métal par rapport à l'oxygène.....	47
3.4.3. Détermination de l'équivalent du carbonate de calcium.....	48
3.4.4. Détermination de l'équivalent de l'acide oxalique.....	49
3.5. Solutions.....	50
3.5.1. Solutions. Expression de la concentration. Détermination du titre d'une solution.....	50

3.5.2. Détermination de la conductibilité électrique des solutions d'électrolytes.....	61
3.5.3. Solutions colloïdales.....	66
3.6. Effets thermiques.....	73
3.7. Cinétique chimique.....	76
3.8. Lois fondamentales de la chimie.....	78

VERIFICAT
2007



**VERIFICAT
2017**

Tiparul s-a executat sub c-da nr. 415/1998,
la Tipografia Editurii Universității din București

ISBN - 973 - 575 - 291 - 3

Lei 7900