

Expériences de chimie

Edith ANTONOT

e-mail : Edith.Antonot@ac-nancy-metz.fr

1. Oxydo-réduction n°1: Expérience de la bouteille bleue

Bibliographie :

« L'oxydoréduction, concepts et expériences » Auteurs : Sarrazin et Verdaguer
Editeur :ellipses

Expérience:

Placer 50 mL de solution de potasse dans un erlen de 100 mL muni d'un bouchon. Ajouter 1 gramme de glucose puis 1 à 1,5 mL de solution de bleu de méthylène. Homogénéiser et boucher l'erlen. La solution initialement bleue devient rapidement incolore (en quelques dizaines de secondes au maximum).

Agiter le flacon: la solution devient bleue puis se décolore lentement. On peut recommencer le cycle jusqu'à épuisement de l'atmosphère au-dessus de la solution si le flacon est bouché ou jusqu'à épuisement du glucose. La solution devient progressivement jaunâtre.

Explications:

C'est une réaction d'oxydation du glucose par l'oxygène dissous catalysée par les ions HO⁻ et le bleu de méthylène. Le bleu de méthylène sert aussi d'indicateur redox: sa forme oxydée est bleue, sa forme réduite incolore.

Lorsqu'on agite le flacon, l'oxygène dissous oxyde le bleu de méthylène "en bleu" jusqu'à épuisement de l'oxygène dissous; il y a alors décoloration.

Matière d'œuvre :

- solution de potasse à 20 g/L
- solution de bleu de méthylène préparée ainsi : 0,125 g de bleu de méthylène dans 500 mL d'eau
- glucose

2. Oxydo-réduction n° 2 : Expérience de la bouteille multicolore:

Bibliographie :

« L'oxydoréduction, concepts et expériences » Auteurs : Sarrazin et Verdaguer
Editeur :ellipses

Expérience:

Dans un petit erlen de 100 mL, mélanger 10 mL de solution A de potasse et 10 mL de solution B de glucose. Ajouter 1,5 mL de la solution C de benzoïne et 1,2 mL de la solution D de carmin d'indigo. Le carmin d'indigo, d'abord bleu, devient vert immédiatement. Boucher le flacon.

Après une courte période d'induction, la solution devient violette, rouge, orange et en dernière instance, jaune. On revient directement à la coloration verte en agitant vigoureusement le flacon. On revient progressivement au vert en passant par toutes les couleurs, dans l'ordre inverse, en secouant le flacon d'abord doucement, puis de plus en plus

vigoureusement. On peut recommencer l'expérience plusieurs fois. Quand la couleur verte s'atténue, on peut ajouter de la solution D si l'on souhaite continuer l'expérience.

Explications:

L'interprétation est fondamentalement la même que pour l'expérience précédente: le **carmin d'indigo** dont la **forme oxydée IndOx** est **verte** en milieu basique est à la fois indicateur d'oxydo-réduction et catalyseur. **Il est réduit par le glucose** et sa forme réduite IndR est de couleur jaune. **L'oxygène de l'air, qui se dissout lorsque l'on agite le flacon, oxyde la forme réduite jaune du carmin d'indigo en forme oxydée verte.**

Il est probable que la **couleur violette soit due à un produit d'oxydation de la benzoïne**. En outre, celle-ci **accélère la réaction** qui se produit en son absence mais plus lentement.

Matière d'œuvre :

Solution A: solution de potasse (4 g de potasse pour 150 mL d'eau)

Solution B: solution de glucose (5 g de glucose dans 150 mL d'eau)

Solution C: solution de benzoïne (0,1 g de benzoïne dans 100 mL de méthanol)

Solution D: solution de carmin d'indigo (0,5 g de carmin d'indigo dans 100 mL d'eau)

3. Oxydo-réduction n° 3 : réaction chronomètre :

Bibliographie :

Préparation aux Olympiades de chimie Nancy-Metz 1995 : T.P « Magie chimique »

Expérience :

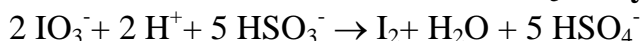
Placer dans 2 erlens différents :

- **Erlen A** : 20 mL d'eau + 5 mL de solution d'iodate de potassium KIO_3 ; dissoudre dedans 0,3125 g d'acide malonique
- **Erlen B** : 20 mL d'eau + 3 mL d'empois d'amidon + 2 mL de solution d'hydrogénosulfite de sodium NaHSO_3

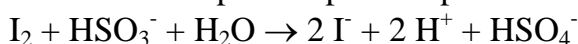
Vider l'eren A dans B en agitant rapidement. Après un peu d'attente, une coloration bleue foncée doit apparaître et disparaître ensuite.

Explications :

L'**iode** (coloration bleue foncée en présence d'empois d'amidon) peut **se former** par une **réaction lente** entre les ions **iodate IO_3^-** et **hydrogénosulfite HSO_3^-** :



L'iode formée peut disparaître par une **réaction rapide** avec **HSO_3^-** :



L'iode peut également disparaître par une **réaction lente avec l'acide malonique**



L'iode qui se forme est d'abord détruit par l'ion hydrogénosulfite HSO_3^- : **pas de couleur**. Ensuite l'iode se trouve en excès quand il n'y a plus de HSO_3^- : **coloration bleue foncée**.

Puis l'iode disparaît par réaction avec l'acide malonique : **décoloration**.

Dans ces réactions chronomètres, l'état de propreté de la verrerie, l'homogénéisation des solutions sont des paramètres importants.

Matière d'œuvre :

- solution d'iodate de potassium KIO_3 à 0,065 mol/L

- acide malonique (ou propanedioïque)
- empois d'amidon fraîchement préparé
- solution d'hydrogénosulfite de sodium NaHSO₃ à 0,0625 mol/L

4. Chromatographie n°1:

Bibliographie :

« Chimie des couleurs et des odeurs » Auteurs : Capon, Courilleau, Valette Editeur : Cultures et Techniques (Nantes)

Explications:

La chromatographie est une méthode physique de séparation basée sur les différences d'affinités des substances à analyser à l'égard de **deux phases**, l'une **stationnaire ou fixe**, l'autre **mobile**. Selon la technique chromatographique mise en jeu, la séparation des composants entraînés par la phase mobile, résulte soit de leur **adsorption** et de leur **désorption** successives sur la phase stationnaire, soit de leur **solubilité différente** dans chaque phase.

On définit un coefficient de partition K:

$$K = \frac{\text{masse de soluté dans la phase stationnaire par unité de volume}}{\text{masse de soluté dans la phase mobile par unité de volume}}$$

En chromatographie sur couche mince, chaque constituant d'un mélange a une affinité propre pour l'adsorbant (la silice) et pour l'éluant, il va donc progresser avec une vitesse qui lui est propre. Chaque constituant est caractérisé par son R_f

$$R_f = \frac{\text{distance parcourue par le constituant}}{\text{distance parcourue par l'éluant}}$$

On peut ainsi séparer les constituants d'un mélange

Séparation des pigments du paprika par CCM et matière d'oeuvre:

On a placé dans un ballon de 100 mL, 2 grammes de paprika commercial et 20 mL de dichlorométhane. Après chauffage à reflux pendant 30 minutes puis filtration, la solution obtenue renferme tous les pigments du paprika qui ont été extraits par le dichlorométhane.

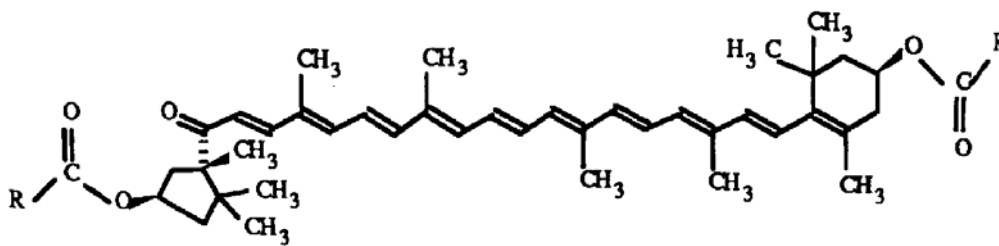
Procéder à la CCM (3 dépôts sur la même plaque)

Adsorbant : gel de silice

Eluant : dichlorométhane

Révélateur: inutile, les pigments apparaissent sous forme de taches colorées que l'on peut facilement identifier.

Le paprika contient de nombreux pigments colorés qui sont facilement séparés par chromatographie. Par CCM, on obtient une large tache rouge représentant le pigment majoritaire qui donne au paprika sa couleur rouge sombre. Il est constitué d'un mélange d'esters d'acides gras de la capsanthine.

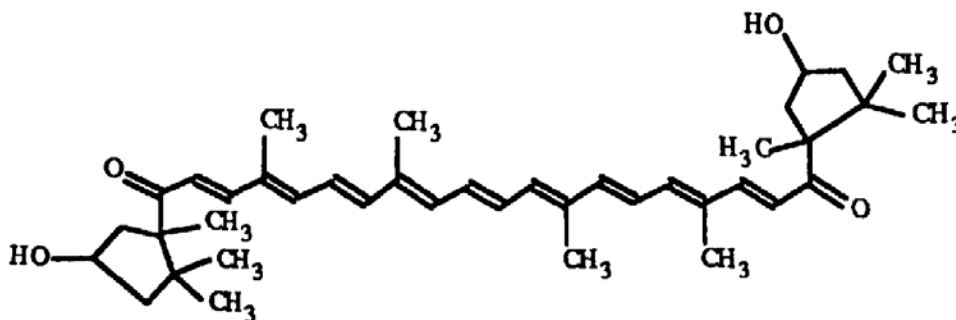


esters d'acides gras de la capsanthine

R= chaîne de 3 carbones ou plus

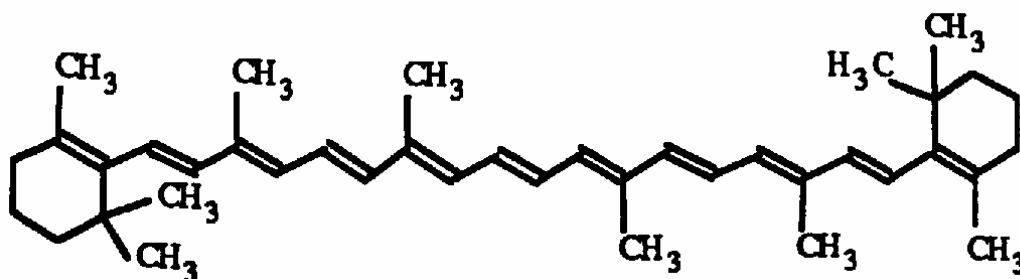
Le paprika contient d'autres caroténoïdes que la capsanthine, en particulier:

- des esters d'acides gras de la capsorbine



capsorbine

- du β - carotène:



5.Chromatographie n° 2 : chromatographie sur tissu:

Bibliographie :

Journal of Chemical Education décembre 1992

Expérience et matière d'œuvre :

L'exemple qui suit est une **chromatographie radiale** que l'on fera de préférence sous la hotte à cause des solvants utilisés:

Tendre sur un cristalliseur d'environ 15 cm de diamètre, un morceau de tissu de coton blanc.

Le maintenir tendu à l'aide d'un bracelet élastique.

Repérer le centre du cercle formé par le tissu.

Placer 4 à 6 taches de feutres permanents sur la circonférence d'un cercle imaginaire, environ quatre fois plus petit que le cristalliseur.

A l'aide d'un compte-gouttes, appliquer l'éluant (propan-2-ol/eau en proportions volumiques 7/3) au centre du cercle de telle sorte que l'éluant mouille le tissu et se déplace radialement vers les bords en créant un chromatogramme.

Quand le motif a atteint la taille voulue, arrêter les ajouts d'éluant et laisser sécher le tissu environ 10 min sous la hotte.

Pour certains feutres, on pourra constater que les couleurs observées sont obtenues par mélange de différents colorants.

6. Expérience sur les polymères n°1 : synthèse du nylon 6-6

Bibliographie :

« Enseigner la chimie organique au lycée » Auteurs : Cémente, Durupthy A et O. Editeur : Scodel (cet ouvrage n'est plus édité)

Principe:

Les monomères sont

- le chlorure d'adipyle $\text{ClOC}(\text{CH}_2)_4\text{COCl}$
- l'hexaméthylènediamine $\text{H}_2\text{N}-(\text{CH}_2)_6\text{NH}_2$.

Les chaînes formées auront pour formule:

$-\text{NH}-(\text{CH}_2)_6-\text{NH}-\text{CO}-(\text{CH}_2)_4-\text{CO}-\text{NH}-(\text{CH}_2)_6-\text{NH}-$ et sont liées entre elles par des ponts hydrogène.

Mode opératoire et matière d'œuvre:

Les solutions utilisées sont du chlorure d'adipyle en solution à 5% dans le tétrachlorure de carbone et de l'hexaméthylène diamine à 5% dans de l'eau.

Mettre 2 à 3 mL de solution de chlorure d'adipyle dans un petit bécher; ajouter très lentement un volume égal de solution d'hexaméthylène diamine en évitant le mélange. Avec un petit crochet, tirer une fibre de l'interface: on peut enrouler de longues fibres de nylon.

On peut éventuellement rajouter un peu de phénolphthaléine qui colorera en rose la phase aqueuse

7. Expérience sur les polymères n° 2 et colorants naturels : mise en évidence de la réticulation des chaînes et boules caméléons

Bibliographie :

Journal of Chemical Education

Présentation des alginates :

L'alginate de sodium, extrait des algues séchées est un gélifiant et épaississant utilisé sous la désignation E 401 dans la préparation de laits gélifiés et chocolats, crèmes, crèmes légères sous pression, confiserie, pâtisserie, gommes à mâcher etc..

C'est un polysaccharide ($M \# 240\,000 \text{ g/mol}$). En présence de cations divalents comme les ions calcium Ca^{2+} , il y a réticulation de chaîne et obtention de billes ou de serpentins gélatineux qui disparaissent en présence d'un excès d'ions sodium.

Expérience de réticulation des chaînes :

Vous disposez d'une solution d'alginate de sodium et d'une solution de chlorure de calcium.

Placer **10 mL de solution de chlorure de calcium dans un bécher** et verser en un fin filet (compte gouttes) **10 mL de solution d'alginate de sodium (volumes mesurés à l'éprouvette graduée)**.

Observer les billes ou serpentins gélatineux qui se forment par réticulation.

Prélever quelques billes et les verser dans un tube à essais contenant une solution saturée de chlorure de sodium : boucher avec un bouchon, agiter et faire observer la disparition des billes gélatineuses en présence d'un excès d'ions sodium

Les boules caméléons :

Principe :

On prépare des petites boules d'alginate de sodium imprégnées de solution contenant des anthocyanes (extrait de chou rouge ou de raisin). Ces anthocyanes sont des indicateurs acido-basiques : leur couleur passe du rose en milieu acide à une teinte jaune en milieu basique.

Extraction des anthocyanes:

100 g de feuilles de chou rouge (ou de grains de raisins, ou de feuilles d'azalée) sont mis à bouillir dans 400 mL d'eau pendant 10 minutes puis refroidis à température ambiante. On obtient une coloration violette après filtration à travers un papier filtre.

Préparation des boules caméléons (préparées à l'avance) :

On mélange 10 mL de solution à 2% d'alginate de sodium et 15 mL de solution d'anthocyanes. On ajoute ce mélange goutte à goutte à 50 mL d'une solution aqueuse de chlorure de calcium à 1% à température ambiante en maintenant une agitation magnétique modérée. Des petites boules se forment. On les conserve à environ 4°C pendant une nuit avant utilisation pour améliorer leur résistance.

Expérience (les couleurs indiquées correspondent au chou rouge) :

Placer plusieurs boules dans un tube à essais contenant un peu d'eau déminéralisée et quelques gouttes d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/L : les billes présentent une couleur rouge. Ajouter goutte à goutte de la soude à 0,1 mol/L pour rendre le milieu basique : la couleur des boules vire au bleu puis au jaune orange.

Après 5 minutes à pH= 13, la solution est acidifiée par addition d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/L. Les boules virent du jaune orangé au bleu et après au rouge clair. Cette opération est répétée jusqu'à ce que les boules se brisent.

	à pH 1	à pH 7	à pH 13	Répétable
Raisin (peau)	rose	violet	jaune-vert	5 à 8 fois
Chou rouge	rouge	bleu	jaune-orange	5 à 8 fois
Azalée (fleur)	rouge violet	rose	jaune	4 à 5 fois

Matière d'œuvre :

- solution d'alginate de sodium préparée ainsi : dissoudre en agitant vigoureusement 10 g d'alginate de sodium dans 500 mL d'eau
- solution de chlorure de calcium préparée ainsi : dissoudre 10 g de chlorure de calcium CaCl_2 dans 1 litre d'eau
- solution d'anthocyanes : placer 100 g de feuilles de chou rouge dans 400 mL d'eau et faire bouillir pendant 10 minutes puis refroidir à température ambiante ; Filtrer la solution obtenue, la recueillir dans un flacon brun conservé au frais. Procéder de même en remplaçant les feuilles de chou rouge par des grains de raisins noir si possible.
- acide chlorhydrique à environ 0,1 mol/L
- soude à environ 0,1 mol/L

8. Extraction de la caféine du thé:

Bibliographie :

« Chimie organique expérimentale » Auteurs : Chavanne, Julien, Beaudoin, Flamand
Editeur : Belin

Expérience et matière d'œuvre :

Placer dans un extracteur soxhlet 300 mL d'eau + 30 g de feuilles de thé + 15 g de carbonate de calcium dans une cartouche. Après une dizaine de cycles d'extraction, placer le liquide dans une ampoule à décanter et extraire la phase aqueuse avec 3 fois 40 mL de dichlorométhane.

Sécher sur sulfate de magnésium anhydre.

Evaporer à l'évaporateur rotatif.

On peut recristalliser la caféine dans un mélange propanone- éther de pétrole: dissoudre le solide dans 10 mL de propanone chaude; ajouter de l'éther de pétrole jusqu'à persistance du trouble. Réchauffer pour dissoudre à nouveau. Refroidir dans la glace; filtrer sur büchner: on récupère environ 0,5 g de caféine et on peut prendre son point de fusion. ($T_F = 234$ à $236,5$ °C)

Des agents de saveurs comme la chlorophylle et des tannins sont entraînés en même temps que l'eau mais l'addition de carbonate de calcium les transforme en sels insolubles éliminés par filtration. La caféine et la chlorophylle sont extraites de la solution par le dichlorométhane.

La purification est réalisée par recristallisation.

9. Isolement de l'huile de clou de girofle par entraînement à la vapeur:

Installer le générateur de vapeur.

Placer dans un tricol de 500 ml: 30 g de clou de girofle moulu et 150 mL d'eau. Réaliser un entraînement à la vapeur puis recueillir le distillat et le transvaser dans une ampoule à décanter.

Extraire avec 3 fois 20 mL de dichlorométhane. Recueillir les phases organiques. Sécher sur sulfate de magnésium anhydre.

Eliminer le dichlorométhane à l'évaporateur rotatif.

Le principal constituant de l'huile obtenue est de l'eugénol (2-méthoxy,6-allyl, phénol)

Les huiles essentielles, dont l'huile de clou de girofle sont un mélange de composés organiques peu solubles dans l'eau qui confèrent aux plantes leur odeur. Pour cette raison, elles sont employées comme ingrédients en parfumerie ou comme agents de saveur dans l'alimentation.

10. Etude d'un équilibre ou l'œuf sur le plat :

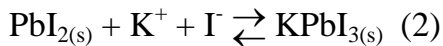
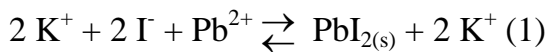
Bibliographie :

Journal of Chemical Education Mars 1997

Expérience et matière d'œuvre :

Dans une boîte de Pétri, on place des cristaux d'iodure de potassium de différentes tailles et on ajoute une goutte d'une solution de nitrate de plomb à 0,1 mol/L sur chaque cristal. On observe des aiguilles jaunes de PbI_2 si le cristal est petit, un cœur de PbI_2 entouré d'aiguilles

blanches de KPbI_3 (type œuf sur le plat) pour un cristal de taille moyenne, uniquement KPbI_3 pour les plus gros cristaux ou une solution claire contenant des complexes $\text{PbI}_n^{(n-2)-}$.



La solubilité de KI est suffisante pour dissoudre de relativement cristaux dans une seule goutte de solution de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$.

Cependant la présence de forte concentration de KI déplace les équilibres vers la droite.

Si le cristal n'est pas assez gros, on observe un mélange de PbI_2 et KPbI_3 et avec un petit, seule la première réaction est possible.

Dans le cas où le mélange des 2 solides est en équilibre avec l'iodure de potassium dissous, il est possible de déplacer l'équilibre, d'après la loi de Le Chatelier :

- vers la gauche avec une goutte d'eau qui fait diminuer la concentration en iodure de potassium
- vers la droite avec un cristal supplémentaire d'iodure de potassium.