

Manip MC5 : Caractérisations structurales en chimie (conditionnement des échantillons pour l'analyse, point de fusion, RMN, UV, IR, Spectrométrie de masse, ...)

Léo Corne

March 2022


Intro

Matériau : Un matériau est une matière d'origine naturelle ou artificielle, dont l'humain se sert pour fabriquer des objets techniques. C'est un assemblage d'entité chimique (molécule nano) sur laquelle on a une certaine homogénéité des propriétés à une certaine échelle. L'assemblage doit pouvoir être utilisée pour différentes applications. Il existe plusieurs types de matériaux :

- Matériaux organique (origine animale et végétale : polymère naturelle)
- Matériaux plastique (PVC, polyester)
- Matériaux céramiques, minéraux et verres
- Matériaux métalliques (cuivre, fer)
- Matériaux composites : ils sont composés de divers matériaux comme le béton et la fibre de verre.

Chaque matériaux va avoir des propriétés intéressantes (bonne conductivité, dureté, ...) qui vont les orienter vers des applications particulières.

Friedel-Craft

Source : , BUP https://bupdoc.udppc.asso.fr/consultation/article-bup.php?ID_fiche=20731 // Drouin p228

Gestes manipulateurs :

- CCM
- ELL
- IR
- Indice de réfraction
- Lancement
- CPV
- Micro-extraction

Remarques : Pas de colonne ? // Anisole en défaut car le chlorure d'acide on peut l'hydrolyser et après on peut directement s'en débarrasser //

SNAr

Source : Grüber p305

Gestes manipulateurs :

- Colonne de chromatographie
- UV-Vis
- **Fluorimétrie**
- CCM
- Banc Köfler
- Calcul du rendement quantique

Remarques : Ne pas faire une colonne trop longue, lent à éluer

Nanoparticules d'or

Source : [F], BUP 952 2013 / site de Lise

Gestes manipulateurs :

- Dilution
- UV-vis

Remarques : Ou argent... // Antisolvant : Quand on a des particules colloïdales qui sont solubles dans un 1er liquide. On ajoute un 2ème liquide pour déstabiliser les interaction entre le 1er liquide et les particules colloïdale pour pouvoir les récupérer.

Titration de la protonation des fonctions acide carbo du polyacrylate

Source : BUP 880 Vol 100 novembre 2006 p.1471 // Annabelle

Gestes manipulateurs :

- Dosage
- pH-métrie
- Titration en retour
- Indicateur de fin de réaction

Remarques : Attention dépolymérisation, penser à la captation des métaux par le polyacrylate // Attention pH-métrie car visqueux

Gel superabsorbant à base de polyacrylate pour la capture du cuivre

Source : [F], <https://doi.org/10.1021/ed086p347>

Gestes manipulateurs :

- Suivi cinétique
- UV-vis
- Microscope

Remarques : Trop bien ! Cinétique difficile à dire, mais quantification de la capacité d'absorption

Synthèse d'une Chalcone

Source : [F], Drouin p330

Gestes manipulateurs :

- Broyage
- IR, RMN, Tfus, CCM
- Recristallisation

Remarques : Sans solvant (chimie verte) // Jaune = n-pi*

HWE

Source : [F], Blanchard p375

Gestes manipulateurs :

- Essorage
- Lavage
- lancement
- Recristallisation
- Banc Köfler
- RMN

Remarques : Solvant pour Purif // Attention quantité // Solvant important car si on prend du DMSO on n'a pas le même produit

Propriétés magnétiques de quelques complexes (Fer)

Source : Grüber p209

Gestes manipulateurs :

- UV-vis
- Lancement
- **Balance d'Evans**
- Tanabe Sugano

Remarques : Beaucoup de acac pour déplacer l'équilibre

Lixivation du cuivre - Une vie de cuivre

Source : [F] BUP 1997 Une vie de cuivre

Gestes manipulateurs :

- Filtration
- Electrolyse
- Utilisation E-pH
- Test caractéristiques
- *Titration Conductimétrique*

Remarques : Tests caractéristiques (Fe^{3+} avec thiocyanate = rouge, Cu^{2+} + ammoniacale = bleu nuit) // Protocole à améliorer du BUP // Ne pas oublier sulfate d'ammonium (1.75g)

Dédoublage racémique du nickel

Source : Girard p118

Gestes manipulateurs :

- Lancement
- Essorage
- Filtration
- Polarimétrie

Remarques :

Dosage du bleu Brillant

Source : BUP 965 2014

Gestes manipulateurs :

- Dilution
- UV-vis
- Méthode des ajouts dosés

Remarques : Possibilité de faire avec Powerade // Non destructif // Colorant alimentaire // VOTER !!

Principe et vérification de la loi de Hooke

Source : Grüber p141 + Piard p237

Gestes manipulateurs :

- IR

Remarques : Après H/D, faire comparaison liaison simple C-O entre éthanol et acétone, puis comparer acétone, acétate d'éthyle, éthanal...

Réduction du camphre


Source : [F], Drouin p101

Gestes manipulateurs :

- ELL
- Polarimétrie
- CPV
- IR
- CCM
- Banc Köfler

Remarques : Utilisation d'une chromatographie de partage et influence du solvant (éthanol/méthanol)

Détermination du coefficient de partage par RMN


Source : , http://www.magritek.com/wp-content/uploads/2014/07/Lipophilicity_experiment_web.pdf

Gestes manipulateurs :

- RMN
- Incertitudes de type A

Remarques : Le deutérium est actif en RMN car son noyau a un spin de 1 mais sa plage de fréquence de résonance est très différentes de celle de ^1H
// Permet de déterminer le risque pour le solvant de traverser la peau et d'avoir des risques pour la santé

Polymérisation radicalaire du styrène (en émulsion)


Source : , http://perso.ens-lyon.fr/naia.corbineau/naia/fichiers/MC10_ORGA/MC10_Synthese_du_polystyrene/FICHE.pdf // Drouin p190

Gestes manipulateurs :

- Lavage
- Lancement
- Microscope
- ELL
- CCM

Remarques : L'émulsion va contrôler la polymérisation radicalaire et va induire des tailles de particules homogènes

Détermination du spin d'un complexe de fer par RMN

Source : , <http://www.magritek.com/wp-content/uploads/2015/03/Lab-Manual-Metal-acetylaceton.pdf> // Site de Lise

Gestes manipulateurs :

- RMN
- Calculs magnétiques
-

Remarques : Différent de la balance d'Evans et original

Complexe Td ou Oh de Cobalt

Source : Fosset p186

Gestes manipulateurs :

- Dilution
- UV-vis
- Tanabe-Sugano

Remarques : Parfait pour comparer Td et Oh

Couplage homolytique oxydant du phénylacétylène

Source : F Site Loic et Emma MC7

Gestes manipulateurs :

- Lancement
- Filtration / Lavage
- CCM
- Recristallisation
- UV-vis

Remarques : Pas de Pd donc moins cher // Pas trop chaud// Faible TON

Autour de quelques ligands azotés / Jaune de Cobalt

Source : Grüber p232

Gestes manipulateurs :

- Lancement
- UV-vis
- Tanabe-Sugano
- IR

Remarques : Attention Jaune de cobalt (NO_2) nécessite une modification : le gaz roux s'échappant du milieu réactionnel est du dioxyde d'azote (toxique par inhalation, polluant des voitures). On le réduit avec du thiosulfate de sodium dans une fiole de garde à la sortie du réfrigérant. Utiliser un Büchner car le fritté risque d'être souillé.

Nitration du toluène

Source : Blanchard p135

Gestes manipulateurs :

- CPV
- ELL
- Filtration sur fritté
- Réfraction
- Lancement
- Lavage

Remarques : Seul toluène plus réactif

Synthèse d'un composé aromatique - Formation d'une sonde fluorescente par réduction de l'anthrone en anthracène

Source : [F], Grüber p287

Gestes manipulateurs :

- Lancement
- Fluorimétrie
- Filtration
- UV-vis
- Banc Köfler
- Recristallisation
- CCM

Remarques : Lavage éthanol pour sécher le produit

Détermination de la stœchiométrie du complexe fer(III)/thiocyanate par la méthode de Job

Source : F, JFLM p119

Gestes manipulateurs :

- Traitement des données
- Méthode de Job (non)
- Dilution
- UV-vis

Remarques :

Formation de nanoparticules d'argent

Source : F, <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ed084p322> // http://perso.ens-lyon.fr/gabriel.balavoine/Lu/fichiers/Manipulations/Nanoparticules_argent.pdf

Gestes manipulateurs :

- Préparation de solution
- Synthèse des nanoparticules
- UV-vis

Remarques : Préparer NaBH_4 devant le jury, car pas stable au cours du temps // Faire la destabilisation des particules // Peut être pas nécessaire car OR

Réaction de Biginelli

Source : [F], AC Mai 2009 Numéro p330 pages 42-49

Gestes manipulateurs :

- Lancement
- Recristallisation
- Banc Köfler
- IR

Remarques : GIGA TOP

Détermination de CMC - conductimétrie

Source : [F], Fosset p391

Gestes manipulateurs :

- **Conductimétrie**
- Dilution
- Chute de burette

Remarques : Faire dans un bain thermostaté // Micelles // tensioactif = amphiphile // tensioactif cationiques toxiques, se lient lipides acides nucléiques. . .

Iodine clock reaction

Source : Wikipedia

Gestes manipulateurs :

- Qualitatif

Remarques : Montre l'influence de la cinétique d'une réaction

Synthèse d'une silice mésoporeuse

Source : Zang un //Site Raphaël

Gestes manipulateurs :

- Essorage
- Tests caractéristiques
- IR

Remarques :

Réaction de Cannizzaro

Source : Blanchard p301

Gestes manipulateurs :

- CPV
- ELL
- IR

Remarques :

Étude des propriétés optiques de quelques complexes de cobalt

Source : Grüber p201 (Différent de Jaune de Cobalt p232)

Gestes manipulateurs :

- Lancement
- UV-vis
- Tanabe Sugano

Remarques : Attention Jaune de cobalt nécessite une modification : le gaz rous s'échappant du milieu réactionnel est du dioxyde d'azote (toxique par inhalation, polluant des voitures). On le réduit avec du thiosulfate de sodium dans une fiole de garde à la sortie du réfrigérant. Utiliser un Büchner car le fritté risque d'être souillé. // Cobalt III inerte (cinétique) (alors que Cobalt II labile)

Propriétés magnétiques et spectro de complexes au DMSO

Source : Artero p62 / Fosset p176

Gestes manipulateurs :

- Lancement
- Filtration
- Lavage
- Recristallisation
- IR

Remarques : Lancement avec le cuivre car rapide
