

Manipulation n°1

■ Caractérisation des alcools

• Objectifs

- Distinguer rapidement les trois classes d'alcool en mettant en jeu une réaction de substitution nucléophile : le test de Lucas
- Distinguer les alcools tertiaires des alcools secondaires et primaires : le test de Ritter.

■ 1.1. Le test de Lucas

• Réaction



• Matériel et réactif

- Tubes à essais, pipettes Pasteur.
- Trois échantillons d'alcool respectivement primaire, secondaire et tertiaire solubles dans l'eau.
- Le réactif de Lucas : il doit être fraîchement préparé en dissolvant 34 g de chlorure de zinc anhydre dans 30 mL d'acide chlorhydrique concentré, sous agitation et sous la hotte.

• Mode opératoire

À 0,5 mL de l'alcool, ajouter 3 mL du réactif, on obtient une seule phase. Fermer le tube à essai avec un bouchon, agiter 30 s puis laisser reposer et observer.

- Les alcools tertiaires donnent **immédiatement** deux phases : une phase organique contenant R-Cl, non miscible à la solution aqueuse acide.
- Les alcools secondaires donnent lieu à la formation de deux phases au bout de **5 minutes**.
- La plupart des alcools primaires ne réagissent pas de manière significative avant **1 heure**.

• Remarques

L'alcool allylique $CH_2=CH-CH_2-OH$ réagit comme un alcool tertiaire par suite de la stabilisation du carbocation allyle $CH_2=CH-CH_2^+$.

$ZnCl_2$ est un acide de Lewis, qui en se fixant sur l'atome d'oxygène, favorise le départ de l'ion oxonium sous la forme d'une molécule d'eau.

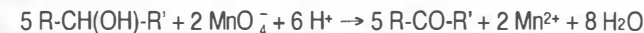
• Mécanisme réactionnel

Protonation de l'oxygène de l'alcool : $R-OH + H^+ \rightleftharpoons R-OH_2^+$.

Formation du carbocation (facile avec les alcools tertiaires) : $R-OH_2^+ \rightleftharpoons R^+ + H_2O$.

Addition nucléophile de l'ion chlorure : $R^+ + Cl^- \rightarrow R-Cl$.

■ 1.2. Le test de Ritter



Dans les conditions opératoires utilisées, les alcools tertiaires ne réagissent pas.

■ Matériel et réactifs

- Tubes à essais, pipettes Pasteur.
- Trois échantillons d'alcool respectivement primaire, secondaire et tertiaire.
- Acide éthanoïque pur.
- Le réactif de Ritter : solution saturée et fraîchement préparée de permanganate de potassium dans l'eau.

■ Mode opératoire

À 3 mL d'acide éthanoïque pur, ajouter 5 gouttes d'alcool pur. Homogénéiser la solution par agitation. Puis ajouter, *goutte à goutte*, tout en agitant, la solution de permanganate de potassium. Noter le changement de couleur éventuel.

Dans le cas des alcools primaires et secondaires, la solution violette se décolore tant que la quantité de permanganate ajouté n'a pas oxydé tout l'alcool.

Dans le cas des alcools tertiaires, la solution reste violette quelle que soit la quantité de permanganate ajouté.

■ Remarques

- Il faut noter que le test de Ritter met en évidence la présence d'un réducteur dans la solution à tester.
- Si cette dernière contient un aldéhyde, le test sera aussi positif.

Manipulation n°2

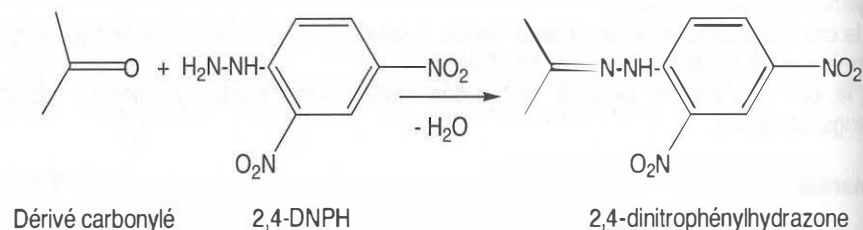
Caractérisation des aldéhydes et des cétones

Objectifs

- Mettre en évidence la présence dans un échantillon d'un aldéhyde ou d'une cétone en utilisant la formation de dérivés cristallisés
- Préparation d'une 2,4-dinitrophénylhydrazone
- Préparation et séparation d'un dérivé "bisulfite"
- Caractérisation des cétones α -méthylées et des alcools $R-CH(OH)-CH_3$.

2.1. Test à la 2,4-dinitrophénylhydrazine

Réaction



Matériel et réactifs

- Tubes à essais
- Solution à tester contenant un aldéhyde ou une cétone
- Solution de 2,4-dinitrophénylhydrazine : cette solution est préparée en dissolvant 3 g de 2,4-DNPH $(NO_2)_2C_6H_3NHNH_2$, $M = 198,1 \text{ g mol}^{-1}$, dans 15 mL d'acide sulfurique concentré à 18 mol L^{-1} . On ajoute ensuite *prudemment* 20 mL d'eau et 50 mL d'éthanol à 95 %. Il est parfois nécessaire de filtrer cette solution.

Mode opératoire

Introduire dans le tube à essais 1 mL de la solution de 2,4-DNPH et ajouter 5 gouttes du liquide (ou 50 mg du solide dissous dans la quantité minimale d'éthanol à 95 %).

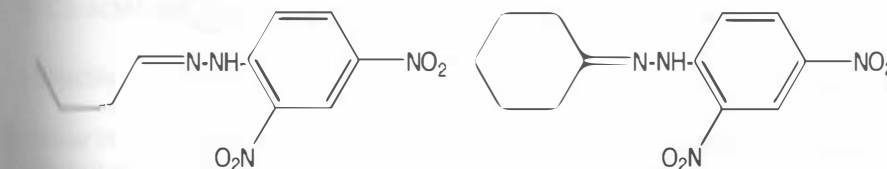
Le test est positif lorsqu'il y a apparition d'un précipité dont la couleur varie du jaune au rouge en passant par l'orangé selon le produit testé.

Nous examinerons dans la manipulation 21 l'isolation et la caractérisation du solide formé.

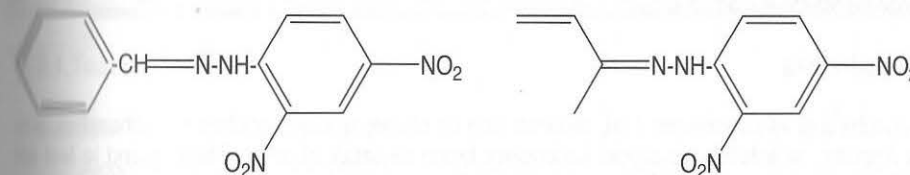
Si le précipité n'apparaît pas immédiatement, chauffer *doucement* le tube à essais. Examiner son contenu après refroidissement.

Remarques

La couleur du précipité dépend du degré de conjugaison de l'aldéhyde ou de la cétone. Les groupes aliphatiques non conjugués, comme le butanal ou la cyclohexanone donnent des précipités de couleur jaune.



Les carbonyles conjugués, comme le benzaldéhyde ou la méthylvinylcétone donnent des précipités de couleur rouge.



2.2. Formation d'un dérivé bisulfite

Réaction

Préparation de l'ion hydrogénosulfite HSO_3^- : $Na_2S_2O_5 + H_2O \rightarrow 2 NaHSO_3$

Préparation du dérivé : $R-CHO + Na^+ HSO_3^- \rightarrow R-CH(OH)-SO_3^- Na^+$ (solide blanc).

Matériel et réactifs

- Tubes à essais
- Bouillon à tester contenant un aldéhyde ou une cétone
- Solution saturée fraîchement préparée d'hydrogénosulfite de sodium à partir du métabisulfite de sodium $Na_2S_2O_5$.

Mode opératoire

Introduire dans le tube à essais 5 mL de la solution d'hydrogénosulfite de sodium et ajouter 1 mL d'aldéhyde pur. Agiter, la solution prend en masse. Il est alors possible de filtrer la solution et de récupérer la combinaison bisulfite.

On peut ainsi séparer un aldéhyde (ou une cétone) d'un milieu réactionnel, la combinaison bisulfite étant détruite par une hydrolyse acide ou basique ultérieure en libérant le composé carbonyle.

2.3. Test iodoforme

Ce test est caractéristique des cétones α -méthylées, de l'éthanal, de l'éthanol et des alcools secondaires du type $R-CH(OH)-CH_3$.

• Réaction

En milieu basique, le diiode se dismuté en ion iodate et en ion iodure. En présence d'une cétone α -méthylée, il y a remplacement progressif des trois atomes d'hydrogène du groupe méthyle par trois atomes d'iode, puis départ de CI_3^- qui capte un proton pour donner CHI_3 solide jaune qui précipite.



• Matériel et réactifs

- Tube à essais, pipette Pasteur.
- Solution de diiode : dissoudre 10 g de cristaux de diiode et 20 g d'iodure de potassium dans 100 mL d'eau, agiter jusqu'à dissolution complète.
- Solution de soude à $2,5 \text{ mol L}^{-1}$.

• Mode opératoire

Dans un tube à essais contenant 2 mL de la solution de soude, ajouter 5 gouttes de l'échantillon, puis *goutte à goutte*, la solution de diiode. La couleur brune disparaît et on constate, quand le test est positif, l'apparition d'un précipité jaune d'iodoforme.

Si la formation du précipité n'est pas immédiate, chauffer au bain-marie à 60°C .

Pour les composés organiques peu solubles dans l'eau, ajouter l'échantillon liquide (5 gouttes) ou solide (50 mg) dans du méthanol pur.

L'iodoforme, que l'on peut recueillir par filtration puis sécher, est un solide de température de fusion égale à 119°C .

• Remarque

L'éthanol et les alcools R-CH(OH)-CH_3 sont oxydés en milieu basique par les ions iodate en éthanal et en cétone R-CO-CH_3 , ils donnent ainsi un test iodoforme positif.

Manipulation n°3

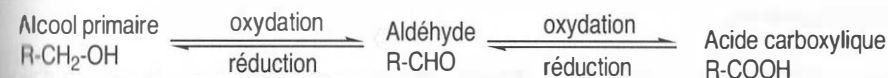
■ Caractérisation des aldéhydes

• Objectifs

- Utiliser les propriétés réductrices des aldéhydes vis à vis d'oxydants doux.
- Nitrer un miroir d'argent à l'aide du réactif de Tollens
- Obtenir un précipité rouge d'oxyde de cuivre(I) à l'aide du réactif de Fehling
- Obtenir un dépôt de cuivre à l'aide de la liqueur de Fehling et du méthanal.

■ 3.1. Test de Tollens

• Réaction



Le réactif de Tollens est une solution basique de l'ion diammine argent(II) $\text{Ag(NH}_3)_2^+$. Mis en présence d'un aldéhyde réducteur, cet ion est réduit à l'état d'argent métallique :



• Matériel et réactifs

- Un récipient en verre aux parois intérieures propres (erlenmeyer, becher, ballon, tube à essais).
- Solution aqueuse d'un aldéhyde : éthanal, solution d'un sucre réducteur (glucose), etc...
- Réactif de Tollens : dans 50 mL d'une solution décimolaire de nitrate d'argent, ajouter sous agitation, *goutte à goutte*, une solution concentrée commerciale d'ammoniac à $10,8 \text{ mol L}^{-1}$. Un précipité noirâtre commence par se former, il s'agit d'oxyde d'argent Ag_2O . Puis ce dernier se dissout à la goutte près dans la solution basique d'ammoniac : le réactif de Tollens est prêt.

• Mode opératoire

Remplir à moitié le récipient choisi avec le réactif de Tollens et ajouter environ 5 mL de la solution d'aldéhyde. Tiédir en plaçant le récipient au bain-marie vers 60°C sans agiter le contenu. Un miroir d'argent se forme progressivement sur les parois du récipient, alors qu'en même temps le contenu du récipient devient noir (argent très finement divisé).

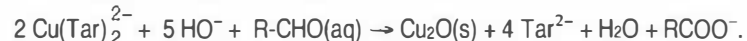
• Remarque

- Le dépôt d'argent est utilisé pour argenter intérieurement les vases calorimétriques de Dewar, ainsi que les miroirs.
- La destruction est facile par lavage à l'acide nitrique molaire.

■ 3.2. Test de Fehling

• Réaction

En présence d'un réducteur doux, l'ion cuivre(II) présent dans la solution sous la forme de l'ion complexe ditartratocuprate(II) en milieu basique est réduit en Cu_2O , solide rouge.



• Matériel et réactifs

- Tube à essais ; bec Bunsen ; bain-marie.
 - Solution aqueuse de glucose ou d'éthanal.
 - Réactif de Fehling : il est obtenu en mélangeant, juste avant l'emploi, à volumes égaux, les deux solutions suivantes : la première contient 34,7 g de CuSO_4 , 5 H_2O dans 500 mL d'eau, la deuxième contient 173 g de tartrate double de potassium et de sodium, $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$, 4 H_2O , et 50 g de soude dans 500 mL d'eau.

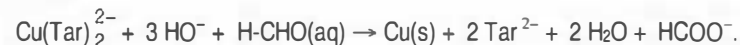
• Mode opératoire

Prélever dans un tube à essais 3 mL de réactif de Fehling et ajouter 2 mL de solution d'aldéhyde. Chauffer à flamme nue éclairante : au niveau de la zone chauffée, un précipité rouge apparaît. Variante : placer le tube à essai dans un bain-marie vers 60°C : le précipité se forme dans tout le tube.

■ 3.3. Formation d'un miroir de cuivre avec le formol H-CHO

• Réaction

Elle se produit entre la liqueur de Fehling et le méthanal en utilisant un point chaud du tube à essai pour sa réalisation.



• Matériel et réactifs

- Tube à essais ; bec Bunsen ; pince en bois.
 - Solution aqueuse de méthanal à 30% en masse.
 - Réactif de Fehling.

• Mode opératoire

Placer dans le tube à essais 2 mL de réactif de Fehling et 1 mL de formol. Incliner le tube et chauffer le verre à 1 cm de la surface libre du liquide. Puis sortir le tube de la flamme et mettre le liquide en contact avec la zone chaude : il y a alors formation d'un miroir de cuivre. En l'absence de chauffage énergétique, la réaction fournit du cuivre au sein de la solution.

Le miroir de cuivre peut être éliminé par lavage à l'acide nitrique molaire, sous la hotte, à cause du dégagement des vapeurs nitreuses.

Manipulation n° 4

■ Caractérisation des alcènes

■ Objectifs

Utiliser les propriétés d'insaturation de la chaîne carbonée pour réaliser des réactions d'addition.
 Décolorer une solution de permanganate de potassium : test de Baeyer.
 Décolorer une solution de dibrome dans le dichlorométhane.

■ 4.1. Test de Baeyer

La double liaison carbone-carbone est un site d'insaturation pouvant donner des réactions d'addition avec de nombreux réactifs.

■ Réaction

Le permanganate de potassium en solution diluée et froide réagit avec les alcènes selon une réaction de dihydroxylation donnant naissance à un diol-cis.



■ Matériel et réactifs

- Tube à essais ; pipette Pasteur.
 - Alcène liquide ; propanone (sans alcool).
 - Solution aqueuse de permanganate de potassium à 1% en masse.

■ Mode opératoire

Verser dans un tube à essais 2 mL de propanone et 5 gouttes de l'alcène liquide (ou 30 mg d'un alcène solide). Ajouter ensuite, goutte à goutte, la solution aqueuse de permanganate. Le test est positif si la couleur violette de la solution disparaît par agitation vigoureuse et qu'un précipité brun de dioxyde de manganèse MnO_2 se forme.

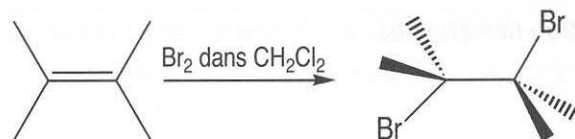
■ 4.2. Test au dibrome

■ Sécurité

La solution de dibrome à 2% dans le dichlorométhane CH_2Cl_2 ou dans le tétrachlorométhane CCl_4 doit être manipulée à l'aide de gants, de lunettes, sous la hotte.

• Réaction

La solution de dibrome diluée et froide réagit avec les alcènes selon une réaction d'addition électrophile donnant naissance à un dérivé dibromé.



• Matériel et réactifs

- Tube à essais ; pipette Pasteur.
- Alcène liquide ou solide.
- Solution à 2% en masse de dibrome dans le dichlorométhane ou le tétrachlorométhane.

• Mode opératoire

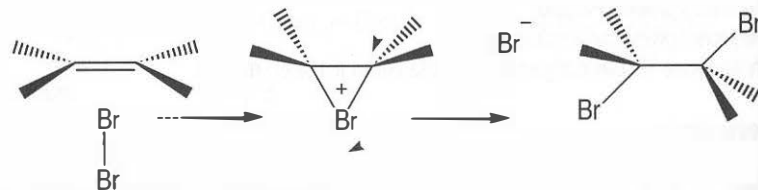
Manipuler sous la hotte.

Verser dans un tube à essais 2 mL de dichlorométhane et 5 gouttes de l'alcène liquide (ou 30 mg d'un alcène solide). Ajouter ensuite, *goutte à goutte*, la solution de dibrome. Le test est positif si la couleur rouge de la solution de dibrome disparaît par agitation vigoureuse.

Les vapeurs d'halogénométhane sont toxiques.

• Mécanisme réactionnel

Il s'agit d'un mécanisme d'addition électrophile passant par l'intermédiaire d'un ion bromonium ponté. L'ion bromure produit lors de l'hétérolyse de la molécule de dibrome attaque l'ion bromonium du côté opposé à l'ion bromure déjà fixé, d'où l'*anti*-addition des deux atomes de brome.



La première étape est cinétiquement déterminante.

Manipulation n°5

I Caractérisation des amines

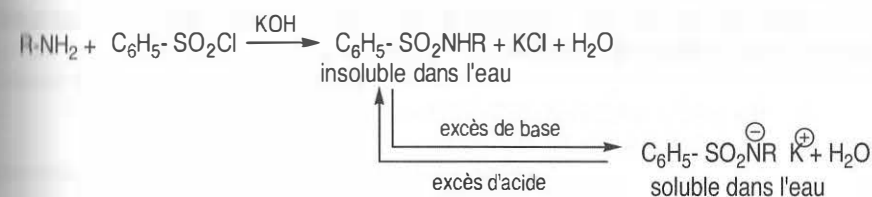
I Objectif

Distinguer les trois classes d'amines par les propriétés de leur sulfonamide : le test de Hinsberg.

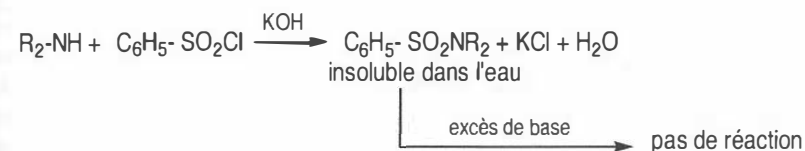
I Réactions

Les amines réagissent avec le chlorure de benzènesulfonyl $\text{C}_6\text{H}_5\text{SO}_2\text{Cl}$ en donnant naissance à un sulfonamide dont les propriétés en solution aqueuse acide ou basique permettent de distinguer les trois classes d'amine.

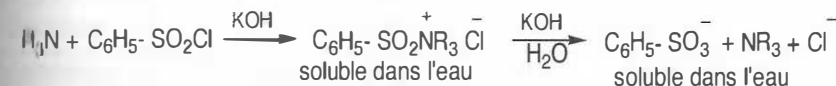
Avec une **amine primaire**, le sulfonamide formé contient encore un atome d'hydrogène acide, il se dissout dans un excès de base en donnant l'anion. L'ajout d'un excès d'acide sur l'anion le transforme en sulfonamide insoluble.



Avec une **amine secondaire**, le sulfonamide formé ne possède plus d'atome d'hydrogène, il reste insoluble en solution basique.



Les **amines tertiaires** réagissent de manière différente avec le chlorure de benzène sulfonyl : l'ion ammonium intermédiaire, n'ayant pas de proton disponible, réagit en milieu basique en donnant l'anion benzènesulfonate et en régénérant l'amine.



I Matériel et réactifs

- Tube à essais ; bain-marie
- Solution de soude à $0,5 \text{ mol L}^{-1}$; solution d'acide chlorhydrique à 6 mol L^{-1} .
- Chlorure de benzènesulfonyl ou de para toluène sulfonyl $\text{CH}_3\text{-C}_6\text{H}_4\text{-SO}_2\text{Cl}$.

• Mode opératoire

Dans un tube à essais, introduire : 10 gouttes d'amine (en solution dans le méthanol si nécessaire), 1 mL de chlorure de benzène (ou paratoluène) sulfonyle.

Porter au bain marie à 80°C pendant 5 minutes, puis ajouter 5 mL de soude sous agitation, laisser reposer au bain-marie 10 minutes.

Il n'y a pas eu formation de précipité : il s'agit d'une amine tertiaire ou d'une amine primaire. Récupérer 1 mL du liquide et acidifier *prudemment*

- Il ne se produit aucune transformation, il s'agit d'une amine tertiaire.
- Un précipité apparaît en milieu acide (pH ≈ 4), il s'agit d'une amine primaire

Il y a eu formation d'un précipité qui ne s'est pas dissous dans l'excès de base ajoutée : il s'agit d'une amine secondaire. Le précipité n'est pas soluble en milieu acide.

• Sécurité

L'acide chlorhydrique peut provoquer des brûlures, il est nocif par inhalation.

Le chlorure de benzène (ou paratoluène) sulfonyle est irritant par contact et d'odeur désagréable.

Il faut travailler sous la hotte.

Pour ces composés, en cas de contact avec la peau, les yeux, laver immédiatement et abondamment la partie atteinte avec de l'eau.

Manipulation n°6

8) Caractérisation des amines aromatiques primaires

1 Objectifs

Former un colorant diazoïque (l'hélianthine) à partir d'une amine aromatique primaire par une réaction de diazotation suivie d'une réaction de copulation.
Vérifier les propriétés d'indicateur coloré du produit obtenu.

2 Réactions

Réaction de **diazotation** : formation du sel de diazonium, réaction de l'acide nitreux HNO_2 , créé *in situ* sur le chlorhydrate de l'acide sulfanilique



Nitrite de sodium chlorure de diazonium

Réaction de **copulation** : il s'agit d'une réaction de substitution aromatique électrophile, l'ion diazonium jouant le rôle de l'électrophile, le substrat étant la N,N-diméthylaniline, la seconde substitution se fait en para du groupe amine.



(1) Composé diazoïque coloré

L'hélianthine est le sel de sodium de ce composé diazoïque.

3 Matériel et réactifs

Réaction (1)	Réaction (2)	Purification	Caractérisation
Ballon tricol (100 mL) Ampoule de coulée Réfrigérant ascendant Bain réfrigérant Plaque magnétique Barreau aimanté Élevateur Bécher ; erlenmeyer	Ballon tricol (100 mL) Ampoule de coulée Réfrigérant ascendant Bain réfrigérant Plaque magnétique chauffante ; barreau aimanté ; élévateur Bécher ; erlenmeyer	Büchner ou fritté Fiole à vide Joint d'étanchéité Trompe à eau	Banc Kofler Solution d'acide chlorhydrique 0,01 mol L ⁻¹ Solution tampon à pH = 4,8

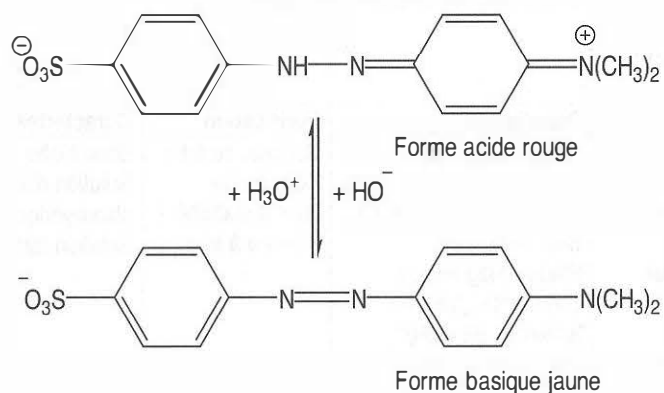
Composé	M	Quantité	mmol	d ₂₀ ⁴	T _f (°C)
a sulfanilique	173,19	5,25 g	30,3	1,485	288
NaNO ₂	69,0	2,1 g	30,4	2,168	271
Na ₂ CO ₃	106,0	1,3 g	12,3	2,53	851
HCl à 6 mol L ⁻¹	36,5	5,2 mL			
(1)	121,18	3 g (3,14 mL)	24,7	0,9557	
Hélianthine	327,34				

• Mode opératoire

- Préparation du sel de diazonium : dans le ballon tricol, placer 5,25 g d'acide sulfanilique et 1,3 g de carbonate de sodium dissous dans 50 mL d'eau. Mettre l'agitation en marche et chauffer doucement pour dissoudre le sel de sodium qui se forme.
- Refroidir ensuite vers 10°C dans un bain de glace. Ajouter 2,1 g de nitrite de sodium dissous dans 10 mL d'eau. Quand la température est inférieure à 5°C, ajouter goutte à goutte par l'ampoule de coulée, 10 mL d'acide chlorhydrique. La température doit rester inférieure à 8°C. Laisser reposer 10 min en fin d'addition.
- Réaction de copulation : préparer le mélange de 3,2 mL de N,N-diméthylaniline dans 3 mL d'acide éthanoïque pur. Enlever le bain de glace, recommencer l'agitation qui doit être vive et ajouter lentement par l'ampoule de coulée le mélange précédent. Continuer l'agitation 5 min après la fin de l'addition.
- Ajouter ensuite dans le mélange réactionnel 17 mL de soude à 5 mol L⁻¹ et 10 g de chlorure de sodium. Chauffer à 90°C pour dissoudre le maximum d'hélianthine.
- Laisser réagir 10 min sans agitation puis refroidir dans la glace.
- Filtrer sur Büchner ou sur verre fritté. Avec le filtrat, rincer le ballon et filtrer à nouveau.
- Sécher à l'étuve à 80°C.
- Peser et calculer le rendement.

• Propriétés d'indicateur coloré

Dissoudre un peu d'hélianthine dans l'eau. Noter la couleur de la solution, puis l'ajouter dans deux solutions à pH = 2 et pH = 4,8. Noter les couleurs des solutions.
L'équilibre acido-basique de l'hélianthine peut s'écrire :



• Remarque

L'hélianthine ou méthylorange est un colorant de la famille des composés diazoïques dont la zone de virage est comprise entre pH = 3,2 et pH = 4,4.

Manipulation n°7

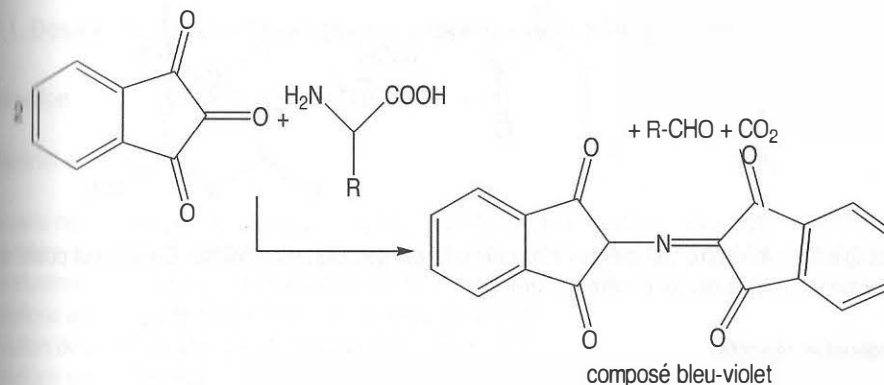
■ Caractérisation des acides α-aminés

■ Objectif

Observer une réaction donnant un produit coloré, le test à la ninhydrine, pour caractériser la présence d'un acide α-aminé dans un mélange.

■ Réaction

Cette réaction est caractéristique des acides aminés présentant un groupe amine et un groupe acide carboxylique libres.



■ Matériel et réactifs

- Tube à essais ; bec Bunsen.
- Solution de ninhydrine (C₉H₄O₃, H₂O ; M = 178,15 g mol⁻¹) à 2 g L⁻¹.
- Glycine ; blanc d'œuf.

■ Mode opératoire

Dans le tube à essai, placer 0,5 g de glycine ou de blanc d'œuf, puis 1 mL de la solution fraîche de ninhydrine. Porter à l'ébullition, il se forme une coloration bleu-violet caractéristique des acides aminés et des protéines.

Cette réaction est utilisée pour mettre en évidence les acides aminés lors d'une séparation chromatographique sur plaque ou sur couche mince.

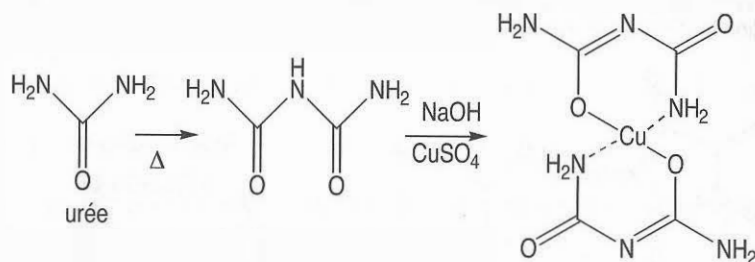
Manipulation n°8

■ Caractérisation des polypeptides

• Objectifs

- Utiliser une réaction donnant un produit coloré, le test au biuret, pour caractériser la présence de la liaison peptidique dans un composé.
- Mettre en évidence la caséine du lait.

• Réaction



Le complexe formé entre l'urée et les ions cuivre(II) est de coloration violette. Ce test est positif avec les polypeptides et le biuret (dimère de l'urée).

• Matériel et réactifs

- Tubes à essais ; pince en bois ; bec Bunsen ; becher ; entonnoir ; papier filtre.
- Solution de soude à 10 mol L^{-1} ; solution de sulfate de cuivre décimolaire.
- Urée solide ; lait liquide ; solution molaire d'acide éthanóïque.

• Mode opératoire

Dans 20 mL de lait, verser 5 mL d'acide éthanóïque. Observer. Filtrer le mélange hétérogène obtenu. Recueillir le solide, en verser une spatulée dans un tube à essais. Verser quelques gouttes de la solution de sulfate de cuivre(II). Observer.

Ajouter ensuite 5 gouttes de la solution de soude. Observer le changement de teinte.

La caséine est une substance protéique contenant la majeure partie des protides du lait.

Naturellement, cette expérience peut être réalisée avec de l'urée : introduire une spatulée d'urée dans un tube à essais, chauffer à la flamme. Le solide fond puis bout rapidement avec dégagement de vapeurs ammoniacales (se placer sous la hotte). Avant la solidification, ajouter quelques gouttes de soude dans le tube refroidi puis quelques gouttes de la solution décimolaire d'ions Cu^{2+} .

Observer la teinte qui se développe dans le tube à essai.

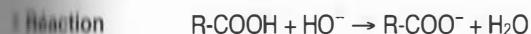
Manipulation n°9

■ Dosage des acides carboxyliques

• Objectifs

- Donner la fonction acide carboxylique.
- Donner des solutions d'acide éthanóïque, ou tout autre monoacide faible par une solution de titre connu en soude.
- Déterminer les concentrations en acide faible de produits d'usage courant : acide éthanóïque (vinaigre) dans le vinaigre, acide acétylsalicylique dans un comprimé d'aspirine.
- Utiliser les techniques potentiométrique, conductimétrique et les indicateurs colorés pour déterminer l'équivalence.

■ 9.1. Dosage de l'acide éthanóïque par pH-métrie et conductimétrie



• Matériel et réactifs

- Verre nécessaire pour les dosages : burette graduée, pipettes jaugées, éprouvette, propipette.
- pH-mètre et ses deux électrodes en verre et au calomel, agitateur magnétique et barreau aimanté.
- Conductimètre muni de la sonde conductimétrique.
- Solutions acides à titrer de concentration voisine de $0,1 \text{ mol L}^{-1}$.
- Solution de soude de titre connu et voisin de $0,100 \text{ mol L}^{-1}$.
- Solutions des indicateurs colorés : bleu de bromothymol, hélianthe et phénolphthaleïne.
- Produits commerciaux : vinaigre, lait, aspirine.

• Mode opératoire

Introduire dans le becher 10 mL de la solution d'acide éthanóïque, ($C_A \approx 0,1 \text{ mol L}^{-1}$), rajouter 90 mL d'eau permutée (ou distillée) et quelques gouttes de la solution de phénolphthaleïne.

Plonger la sonde de conductimétrie ainsi que les électrodes de verre et au calomel (ou l'électrode combinée) dans la solution.

Le pH-mètre a été standardisé à l'aide de deux solutions tampons ($\text{pH}_1 = 7,00$ et $\text{pH}_2 = 4,00$).

La burette contient la solution de soude de titre connu.

Ajouter la solution basique mL par mL dans un premier dosage en relevant les indications du pH-mètre et du conductimètre pour chaque volume, dépasser de quelques mL l'équivalence mise en évidence par le virage de l'indicateur de l'incolore au rouge.