

MC 5 - Caractérisations structurales en chimie
(conditionnement des échantillons pour l'analyse, point de
fusion, RMN, UV, IR, Spectrométrie de masse, ...)

Table des matières

1	Détermination de structures par méthodes spectroscopiques	2
1.1	Détermination de structures organiques	2
1	Protocole	2
2	Autour de la manipulation	2
1.2	Détermination de structures de composés inorganique	2
1	Protocole	2
2	Autour de la manipulation	2
2	Structure et propriétés des complexes de métaux de transition	3
2.1	Structure et propriétés optiques	3
1	Protocole	3
2	Autour de la manipulation	3
2.2	Structure et propriétés magnétiques	3
1	Protocole	3
2	Autour de la manipulation	3
3	Caractérisation physico-chimiques de matériaux orga et inorga	4
3.1	Caractérisation physico chimiques de matériaux orga et inorga	4
3.2	Propriétés de nanomatériaux catalytiques	4
1	Protocole	4
2	Autour de la manipulation	4
4	Application à la spectrophotométrie	5
4.1	Synthèse et caractérisation d'un complexe de cobalt	5
1	Protocole	5
2	Autour de la manipulation	5
4.2	Détermination de la stoechiométrie d'un complexe de Fer	5
1	Protocole	5
2	Autour de la manipulation	5
5	Systèmes colloïdaux : mise en évidence, structuration et propriétés	6
5.1	Formation de micelles	6
1	Protocole	6
2	Autour de la manipulation	6
3	Généralités	6
4	Facteurs influençant la CMC	7
5.2	Formation de nanoparticules	7
1	Protocole	7
2	Autour de la manipulation	7

Chapitre 1

Détermination de structures par méthodes spectroscopiques

1.1 Détermination de structures organiques

Acylation de Friedel Craft

1 Protocole

Série de TP Vincent. Voir http://perso.ens-lyon.fr/raphael.rullan/pperso/fichiers/MC1_Tous_les_plans.pdf

2 Autour de la manipulation

1.2 Détermination de structures de composés inorganique

Autour de quelques ligands azotés (Gruber p.232)

1 Protocole

Gruber p.232 + Fiche Naia http://perso.ens-lyon.fr/naia.corbineau/naia/fichiers/MC10_INORGA/MC10_Synthese_du_jaune_de_cobalt/FICHE_compressed-4.pdf

2 Autour de la manipulation

Chapitre 2

Structure et propriétés des complexes de métaux de transition

2.1 Structure et propriétés optiques

Etude des propriétés optiques du complexe $[\text{Co}(\text{CO}_3)_3]^{3-}$ (Gruber p.201)

1 Protocole

Gruber p.201

2 Autour de la manipulation

Gruber p.201

2.2 Structure et propriétés magnétiques

Détermination de structure par RMN (Fiche Lise)

1 Protocole

Fiche Lise

2 Autour de la manipulation

Fiche Lise

Chapitre 3

Caractérisation physico-chimiques de matériaux orga et inorga

3.1 Caractérisation physico chimiques de matériaux orga et inorga

Détermination du pourcentage d'ionisation de polyacrylate

3.2 Propriétés de nanomatériaux catalytiques

Synthèse des nanoparticules d'or (BUP 107, Mars 2013, p 327)

Gestes manipulateurs : Filtration, UV-Vis,

1 Protocole

Voir MC5 Lise + BUP 107, Mars 2013, p 327

2 Autour de la manipulation

Voir MC5 Lise + BUP 107, Mars 2013, p 327

Chapitre 4

Application à la spectrophotométrie

4.1 Synthèse et caractérisation d'un complexe de cobalt

Autour de quelques ligands azotés (Gruber p.232) ou

Etude de propriétés optiques de quelques complexes (Gruber p.201)

1 Protocole

Gruber p.232 + Fiche Naia http://perso.ens-lyon.fr/naia.corbineau/naia/fichiers/MC10_INORGA/MC10_Synthese_du_jaune_de_cobalt/FICHE_compressed-4.pdf ou Gruber p.201. Voir avec Marion lesquels il faut faire.

2 Autour de la manipulation

Gruber p.232 + Fiche Naia http://perso.ens-lyon.fr/naia.corbineau/naia/fichiers/MC10_INORGA/MC10_Synthese_du_jaune_de_cobalt/FICHE_compressed-4.pdf + Gruber p.201

4.2 Détermination de la stoechiométrie d'un complexe de Fer

Méthode de Job (Gruber p.193)

1 Protocole

Fiche + Gruber p.193

2 Autour de la manipulation

Fiche + Gruber p.193

Chapitre 5

Systèmes colloïdaux : mise en évidence, structuration et propriétés

5.1 Formation de micelles

Détermination de la CMC du SDS (Fosset p.391)

Gestes manipulateurs : Préparation de solution, prélèvement, mesure de conductivité, chute de burette, traitement de données.

1 Protocole

On doit changer plusieurs choses :

- Faire que la solution à 0.3 g dans 100 mL
- Prélever 50 mL de cette solution pour faire la mesure.
- Attention à l'agitation, faire une agitation lente et constante.
- Faire des incertitudes de type A (Faire 500 L de solution au départ)
- Attention à la dilution, ajouter en prenant appui sur les parois pour ne pas créer de bulles et homogénéiser.

2 Autour de la manipulation

3 Généralités

Définition – SDS : sodium dodecyl sulfate

Définition – CMC : est la concentration en tensioactif dans un milieu au-dessus de laquelle des micelles se forment spontanément, dans un modèle d'association fermé. C'est une caractéristique importante d'un tensioactif pur en solution

En dessous de la CMC, le tensio-actif forme une couche à la surface du liquide et le reste est dispersé. On peut observer une seconde CMC, lorsque les micelles commencent à fusionner et du coup elles ne sont plus sphériques. En continuant à ajouter du tensioactif on forme un film.
Autres exemples de tensioactifs : CTAB, TTAB, TWEEN 80.

4 Facteurs influençant la CMC

Plusieurs facteurs peuvent intervenir :

- Longueur de chaîne
- Influence de la tête polaire
- Effet de sel
- Température de Krafft : c'est le point où le CMC correspond à la solubilité. Tous les tensioactifs n'ont pas ce comportement. Si la température de l'expérience est plus faible que cette température, le tensioactif ne formera plus de micelle même si la concentration est supérieure à la CMC. En dessous de la température de Krafft, le tensioactif précipite.

5.2 Formation de nanoparticules

Synthèse des nanoparticules d'or(BUP 2013 n°952)

1 Protocole

Voir BUP + Fiche or

2 Autour de la manipulation

Voir BUP + Fiche or