

## Vive le micromatériel !

par Gérard GAST  
Gymnase cantonal - 2001 Neuchâtel - Suisse

---

Le thème est d'actualité depuis un moment ! En divers endroits du globe, en effet, des tentatives ont eu lieu pour mettre au point un matériel devant permettre de réaliser plus rapidement et à moindres frais les expériences des laboratoires de chimie de nos écoles. Les succès obtenus sont plus qu'honorables et même, dans certains cas, ils sont absolument remarquables. D'ailleurs les avantages du micromatériel sautent de plus en plus aux yeux. Même des plus sceptiques.

Ceux qui ont été au **Premier Congrès Européen des Professeurs de Chimie** de Salzburg en avril 1991 n'ont pas manqué d'être frappés par un matériel qui tenait dans une petite valise et qui attirait d'autant plus l'attention des «badauds» qu'elle portait le sigle BASF... Certains étaient même convaincus de son intérêt dès avant la conférence plénière tenue par le concepteur dudit matériel !

Au Gymnase cantonal de Neuchâtel nous disposons actuellement de trente-six de ces valises ! Autant dire que les choses sont allées très vite. A cela il y a deux raisons principalement : d'une part, nous avons besoin de matériel en vue du cours à option que nous avons désormais en troisième année (année du bac), et d'autre part, ce matériel est absolument convaincant en lui-même, si bien que direction et collègues n'ont fait aucune difficulté pour entrer en matière - bien au contraire !

Travailler avec ce matériel constitue un régal ; permettez-nous donc de vous en parler brièvement.

### AVANTAGES DU MICROMATÉRIEL

En résumé, le micromatériel n'a que des avantages ! Jugez-en :  
**moins cher, gain de place, gain de temps, moins de déchets, sécurité accrue, plus d'expériences, expérimentation plus ludique...**

Bien sûr, quand on dit «moins cher» cela s'entend tant à l'acquisition qu'à l'utilisation ; il n'est pas rare, en effet, d'utiliser dix fois moins de produit en mode micro qu'en mode macro... Lorsqu'on dit «gain de place», cela s'entend au niveau du rangement et en cours d'expérience. Bien entendu le gain de temps s'opère à tous les niveaux : mise au point du mode opératoire, mise en place du matériel, montage, durée de réaction, lavages, etc.

### **LE MATÉRIEL DE LA ZINSSER ANALYTIC\***

Ce matériel tient dans une valise de dimensions  $40 \times 30 \times 12$ . Il a été mis au point par le Professeur M. SCHALLIES et une équipe de la Pädagogische Hochschule de Heidelberg avec le soutien de la BASF voisine. Il a été testé dans diverses écoles allemandes et il s'est déjà bien vendu en Autriche et en Allemagne.

Un coup d'œil sur la présentation schématique du matériel contenu dans une valise et sur les schémas de quelques montages simples présentés ci-après (Annexe 3) et on aura vite compris que l'ensemble des opérations de base comme filtration, chauffage à reflux, extraction, distillation - même sous vide, sont possibles et faciles à réaliser.

Le chauffage s'effectue sur une plaque chauffante par l'intermédiaire d'un bloc métallique placé dessus dans lequel on place ensuite le ou les récipient(s) ; en outre il est prévu d'agiter par agitation magnétique.

Les expériences usuelles de laboratoire sont pratiquement toutes faisables dans de meilleures conditions et, bien entendu, le matériel permet aussi d'élargir la palette des expériences en raison du gain de temps et de place principalement.

### **QUELQUES EXEMPLES D'UTILISATION**

La valise contient également un fascicule de présentation du matériel avec en outre une cinquantaine de modes opératoires faciles à réaliser...

---

\* **Zinsser Analytic** - Eschborner Landstr. 135 - D-6000 Frankfurt 94  
ou Assmayerstrasse 60 - A-1120 Wien.

Dans la suite nous présentons un mode opératoire issu de ce fascicule (huile de clou de girofle) et deux autres issus de notre cru... (Annexe 1). L'un vient d'un programme de chimie alimentaire, l'autre constitue une «revisitation» de quelque chose de fort connu...

L'un ou l'autre collègue pouvant être intéressé par l'ensemble du programme de chimie alimentaire, nous le donnons également en annexe (Annexe 2). Il s'agit d'un programme qui nous occupe pendant un semestre à raison d'une heure de cours et deux heures de labo par semaine et où le micromatériel nous rend d'immenses services. Ce cours est à option et fait suite à un cours de base qui a été donné sur deux ans - trois heures hebdomadaires la première année, deux heures hebdomadaires la deuxième année. Ce programme a été brièvement présenté récemment à Besançon lors du **Premier Séminaire Transjuraissien d'Éducation en Chimie**. Pour le réaliser, nous nous sommes largement inspirés d'un programme que notre collègue Walter CHRISTEN-MARCHAL de Bâle avait présenté lui-même à Salzbourg au Congrès déjà mentionné. Qu'il soit aussi remercié ici. Ainsi, la boucle est bouclée.

## *Annexe 1*

### *Trois exemples de manipulation*

*Option Chimie 93-94 : Aspects de Chimie Alimentaire*

---

#### **Huile de clous de girofle**

*Beaucoup d'épices comme le cumin, les clous de girofle, l'anis ou la cannelle par exemple, contiennent des huiles essentielles responsables de l'odeur ou/et de l'arôme spécifiques. Ces huiles peuvent être isolées et utilisées comme arômes. L'industrie alimentaire ne s'en prive pas !*

#### **PRINCIPE**

L'huile de clous de girofle est obtenue par **hydrodistillation**. Elle est caractérisée au nez (!), par chromatographie sur couche mince et par spectroscopie.

#### **MODE OPÉRATOIRE (MICRO)**

- A.** Versez 1 g de clous de girofle moulus dans un grand récipient avec tubulure à 45°. Ajoutez 5 ml d'eau et un «poisson».
- B.** Adaptez sur la tubulure un tube avec réfrigérant et récipient récepteur en vue de la distillation.  
Distillez. Lorsque la moitié de l'eau a distillé, rajoutez 2 ml d'eau au récipient de départ. Continuez la distillation jusqu'à «épuisement» des clous de girofle.
- C.** Ajoutez 2 ml de dichlorométhane au distillat et versez le tout dans un décanteur.  
Laissez couler la phase organique dans un grand récipient.  
Extrayez deux fois la phase aqueuse avec 2 ml de dichlorométhane.  
Recueillez les phases organiques dans le même récipient.  
Séchez-les sur sulfate de magnésium anhydre.

- D.** Filtrez dans un récipient avec tubulure à 45° taré.  
Distillez le solvant. Avant de peser, mettez le récipient un moment sous vide.
- E.** Faites une chromatographie sur couche mince de silicagel avec le dichlorométhane comme solvant et l'eugénol comme produit de référence.
- F.** Consultez les spectres IR et RMN.

**Remarque :** L'eugénol peut être utilisé comme produit de départ dans la synthèse industrielle de la vanilline.

**Synthèse de l'acétate d'isoeugénol,  
un intermédiaire dans la synthèse de la Vanilline**

*La synthèse de la vanilline à partir de l'eugénol est un classique du genre. Elle se fait en quatre étapes : isomérisation de l'eugénol en isoeugénol, passage à l'acétate d'isoeugénol (protection de la fonction phénol), oxydation en acétate de la vanilline et, hydrolyse de ce dernier en vanilline.*

**MODE OPÉRATOIRE (MICRO)**

- A.** Faites chauffer le bloc de chauffe à 90°C.
- B.** Pesez 1 g d'isoeugénol dans un récipient avec tubulure à 90°C.  
Ajoutez 2 ml d'anhydride acétique à l'aide d'un cylindre gradué.  
Posez le récipient sur un agitateur magnétique froid.  
Ajoutez **sous agitation *une*** goutte d'acide sulfurique concentré à l'aide d'une pipette.
- C.** Surmontez le récipient d'un réfrigérant.  
Chauffez pendant trente minutes à 90°C.
- D.** Refroidissez une minute dans un bain glacé.
- E.** Ajoutez sous agitation 10 ml d'eau déminéralisée.  
Continuez l'agitation dans l'eau glacée jusqu'à cristallisation.  
Amorcez éventuellement la cristallisation en grattant les parois avec une baguette de verre.

- F.** Filtrez. Lavez avec 2 ml de méthanol froid.  
Séchez sous vide. Récupérez le produit dans un verre à peser. Notez la masse du produit obtenu.
- G.** Si le produit a de la couleur, recristallisez-le dans 2 ml de méthanol.  
Filtrez. Lavez avec 2 ml de méthanol froid. Séchez sous vide.

### **CARACTÉRISATION**

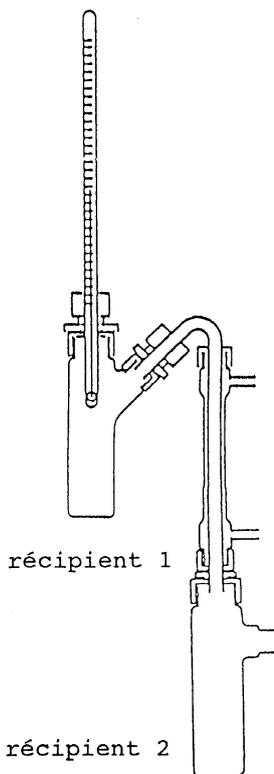
- H.** Rendement de la réaction ?
- I.** Prenez le point de fusion (78 - 81°C) de votre produit.
- J.** Faites une chromatographie sur couche mince sur silicagel dans le méthanol du résidu et du filtrat avec l'isoeugénol comme référence.

## HCl (d) + NH<sub>3</sub> (d)

### BUT DU TRAVAIL

Présenter un exemple de réaction acide-base.

### MODE OPÉRATOIRE



**A1.** Verser 1 ml de HCl (d) dans un récipient avec tubulure à 45° (réceptient 1) avec lequel vous réalisez ensuite le montage 2.

Vous remplacez le thermomètre par une simple fermeture à vis.

Adaptez à la sortie un récipient à tubulure latérale à 90° (réceptient 2).

**2.** Distillez à sec à l'aide du bloc métallique préchauffé.

**3.** Notez vos observations.

**B4.** Refaites les points A1 à A3 avec 1 ml de NH<sub>3</sub> (d) que vous aurez versé dans un récipient 3 identique au récipient 1. Le distillat sera recueilli dans le récipient 2.

**C5.** Verser le contenu du récipient 2 dans le récipient 1. Refaites le même montage et distillez à sec.

**6.** Notez vos observations.

**D7.** Interprétez vos observations à l'aide d'équations chimiques qu'il vous faut formuler.

**Annexe 2**  
**Le programme de l'option :**  
**«Aspects de la chimie alimentaire»**

---

EXPÉRIENCES	THÉORIE
1. Repérage de la <b>caféine</b> dans le <b>café</b> et le <b>coca-cola (micro)</b> .	Rappels sur <b>chromatographie</b> et <b>solubilité</b> pour introduire la suite.
2. Extraction de l' <b>acide critique du jus de citron (micro et macro)</b> .	<b>Détermination de structure</b> (analyse élémentaire, masse molaire, groupements fonctionnels - SM, IR, RMN...).
3. Extraction de la <b>pipérine</b> du <b>poivre (micro)</b> - (Mode macro en démonstration).	<b>Fonction amide</b> - synthèse de base, aspect de la <b>détermination de structure «à l'ancienne»</b> .
4. Synthèse d'un <b>ester fruité (micro)</b> .	<b>Fonction ester</b> - synthèse de base, mécanisme. Filiation alcool - aldéhyde (cétone) - acide.
4 bis. Dosage de la <b>fonction ester</b> .	<b>Saponification</b> - Mécanisme.
5. <b>Huile de clous de girofle (micro)</b> - (Mode macro en démonstration)	Structure de l' <b>eugénol</b> .
6. Synthèse de l' <b>acétate d'isoeugénol</b> , un intermédiaire de la synthèse de la <b>vanilline (micro)</b> .	<b>Synthèse de la vanilline</b> à partir de l'eugénol : isomérisation, estérification, <b>coupure oxydante d'un alcène, hydrolyse d'un ester</b> . <b>Arômes alimentaires</b> .
7. Dosage de la <b>vitamine C</b> dans les jus de fruit.	Structure de la vitamine C, structure du glucose : <b>ester cyclique, acétal et hémiacétal cyclique ou non</b> Mécanisme du brunissement des fruits et légumes, décomposition de la vitamine C.
8. Extraction de l' <b>huile de noisettes (micro)</b> .	<b>Triglycérides</b> .
9. Indice d'acide <b>de cette huile</b> .	Divers indices.

**N.B. :** La chimie alimentaire constitue le prétexte pour traiter les thèmes de la **détermination de structure** et de **certaines aspects de la chimie de quelques fonctions**.

EXPÉRIENCES	TECHNIQUES UTILISÉES
1. Repérage de la <b>caféine</b> dans le <b>café</b> et le <b>coca-cola (micro)</b> .	<b>Extraction, ccm.</b>
2. Extraction de l' <b>acide critique du jus de citron (micro et macro)</b>	<b>Précipitation, filtration, cristallisation.</b>
3. Extraction de la <b>pipérine</b> du <b>poivre (micro)</b> - (Mode macro en démonstration).	<b>Extraction (soxhlet), cristallisation, ccm.</b>
4. Synthèse d'un <b>ester fruité (micro)</b> .	<b>Chauffage à reflux, extraction, distillation.</b>
4 bis. Dosage de la <b>fonction ester</b> .	<b>Chauffage à reflux, dosage en retour (acide-base).</b>
5. <b>Huile de clous de girofle (micro)</b> - (Mode macro en démonstration).	<b>Hydrodistillation, extraction, ccm.</b>
6. Synthèse de l' <b>acétate d'isoeugénol</b> , un intermédiaire de la synthèse de la <b>vanilline (micro)</b> .	<b>Chauffage à reflux, filtration, recristallisation, ccm.</b>
7. Dosage de la <b>vitamine C</b> dans les jus de fruit.	<b>Dosage (rédox).</b>
8. Extraction de l' <b>huile de noisettes (micro)</b> .	<b>Extraction.</b>
9. <b>Indice d'acide</b> de cette huile.	<b>Dosage (acide-base).</b>

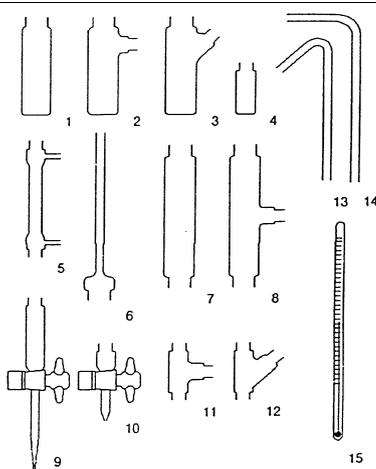
**N.B.** : Le «laboratoire» porte sur l'**introduction de techniques** et sur la **compréhension chimique de chacune des étapes d'un processus expérimental**.

**Annexe 3**  
**Quelques exemples de matériels**  
**et de montages simples**

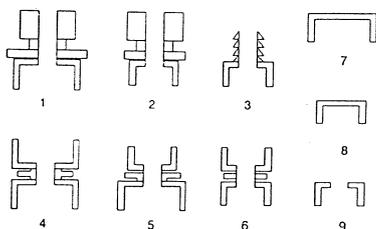
---

**MICROMATÉRIEL****Verrerie**

1. Récipient de base (24 ml)
2. Récipient avec tubulure à 90°
3. Récipient avec tubulure à 45°
4. Petit récipient (4 ml)
5. Manteau de réfrigérant
6. Tube de reflux
7. Tube fileté
8. Tube en T
9. Décanteur
10. Robinet
11. Petit tube en T
12. Tube en Y
13. Tube de verre coudé à 45°
14. Tube de verre coudé à 90°
15. Thermomètre

**Accessoires**

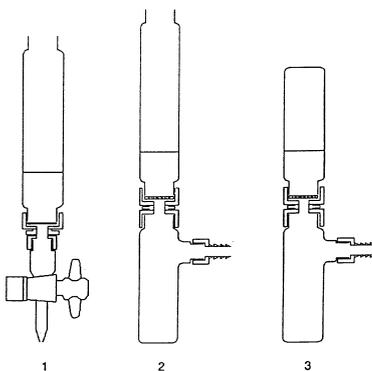
1. Adaptateur 20
2. Adaptateur 13
3. Adaptateur pour tuyau
4. Couplage 20/20
5. Couplage 13/20
6. Couplage 13/13
7. Fermeture 20
8. Fermeture 13
9. Fermeture à trou 13



## QUELQUES MONTAGES DE BASE

### Pour filtrer...

1. Tube fileté  
Robinet  
Couplage 13/20  
Porte-filtre  
Membrane de filtration  
ou papier-filtre
2. Tube fileté  
Récipient avec tubulure à 90°  
Couplage 20/20  
Porte-filtre  
Membrane de filtration  
ou papier-filtre  
Adaptateur pour tuyau
3. Récipient de base  
Récipient avec tubulure à 90°  
Couplage 20/20  
Porte-filtre  
Membrane de filtration  
ou papier-filtre



### Pour distiller...

*A titre d'exemple*

1. Récipient de base  
Tube en Y  
Tube coudé à 45°  
Couplage 13/20  
Deux adaptateurs 13  
Manteau de réfrigérant  
Deux fermetures à trou  
Deux joints  
Thermomètre

