

CN0101171

UNIECO
UNION INTERNATIONALE
D'ECOLES PAR CORRESPONDANCE

REPUBLIQUE DU SENEGAL

SR/PHYSIO - NIEBE
CNRA - BAMBEY

THESE
PRESENTEE PAR
DIEYE IBRA
E/30398

POUR OBTENIR LE CERTIFICAT DE FIN D'ETUDES

SPECIALISTE : AIDE - CHIMISTE

II.- TRAVAIL A REALISER

1. - a) Expliquer en détail comment procéder pour obtenir :

- l'éther éthylique anhydre à partir d'éther du commerce
- du benzène anhydre à partir de benzène du commerce
- de l'alcool éthylique absolu à partir d'alcool éthylique du commerce

sachant que le laboratoire utilise environ 10 litres de ces différents solvants par semaine (faire les schémas des appareils utilisés)

b) dans ce laboratoire le nettoyage des appareils s'effectue à l'aide d'acétone. Expliquer comment procéder pour récupérer cette acétone souillée et, ainsi la rendre de nouveau utilisable.

2. - Le chimiste qui conduit votre travail vous demande la préparation de 200 g de benzophénone pure par réaction de Friedel et Craft à partir de benzène et de tétrachlorure de carbone.

Expliquer en détail votre travail - faire les schémas nécessaires.

3. - Dans ce laboratoire vous êtes responsable du stockage des divers produits chimiques, organiques et minéraux. Expliquer comment réaliser un classement permettant de trouver ces produits chimiques le plus rapidement possible.

4. - Expliquer les différentes mesures de sécurité que vous prendrez pour votre travail dans le laboratoire.

INTRODUCTION

LES solvants dont la qualité commerciale a été convenablement choisie, se prêtent à la plupart des usages, lorsqu'ils ont subi une rectification supplémentaire. Il est également plus économique de n'entreprendre une purification complète que sur des solvants offrant une meilleure garantie d'authenticité.

Les solvants que nous abordons ici et appartenant aux classes suivantes :

- Ethers - oxydes (l'ether éthylique) - Carbures aromatiques (Benzène) - Alcools éthyliques - Cétones (acétone et Benzophénone) - Carbures chlorés (tétrachlorure de carbone), contiennent comme impuretés principales ou secondaires les unes ou les autres classes, des oxydes, des acides, de l'eau et des aldéhydes / qui sont des corps formés de carbone, d'hydrogène et d'oxygène et que l'on peut considérer comme dérivant des alcools primaires par élimination de l'hydrogène/.

La purification des solvants n'est souvent complète que quand elle est généralement suivie d'une déshydratation. Il est également indispensable de recourir à un composé intermédiaire, lorsqu'on veut obtenir un produit de très grande pureté (cas de la benzophénone). A cet effet, beaucoup de savants et chimistes, à l'issue de recherches et de travaux approfondis, mirent au jour diverses méthodes qui dépassent le cadre du laboratoire, pour atteindre actuellement le domaine industriel. Mais, cependant, quelle que soit ma munitie ou l'habileté avec laquelle nous manipulons ces produits, leur stockage et leur utilisation restent un danger de mort, si nous ne prenons pas certaines dispositions de mesures de sécurité, dans le laboratoire et à l'endroit des techniciens et du matériel-même. Si toutes les sources de risques d'accidents (toxicités, explosions etc.,) sont enrayés, si les rangements des produits sont méthodiquement bien faits, l'aisance et la rapidité d'exécution d'une opération n'en seront que plus favorisées.

1-a L'ETHER ETHYLIQUE ANHYDRE A PARTIR
DE L'ETHER DU COMMERCE

I . PREPARATION DE L'ETHER ETHYLIQUE

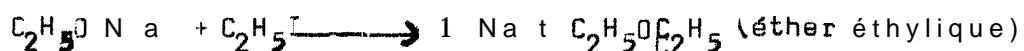
1) - Généralité

L'ether ordinaire appelé "oxyde d'éthyle ou Ether sulfurique" est le premier des Ethers-oxydes à être connu : En 1537, sous le nom de Oleum Vitrioli dulce, par Valérius cordus, médecin Allemand.

Deux siècles plus tard, en 1730, Frobénius, chimiste Allemand annonçait un nouveau produit auquel il donna le nom d'Ether, à cause de sa volatilité. Il le préparait à partir d'alcool et d'acide sulfurique mais, la difficulté d'employer ces deux produits dans des proportions convenables, suscita de nombreuses recherches chez des chimistes et savants, en passant par Boyle, Isaac Newton, jusqu'à Boullay Fourcroy et Vauquelin, Williamson et Sendereus, Ainsi, de nombreux procédés de préparation de l'ether éthylique furent élaborés.

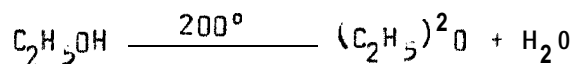
Fourcroy et Vauquelin avaient expliqué la formation de l'ether par le pouvoir déshydratant de l'acide sulfurique, qui enlevait à l'alcool et précipitait du carbone, Selon Dabit un autre savant, cette précipitation de carbone n'était qu'une réaction secondaire et, de plus, qu'un poids déterminé d'acide, pouvait transformer en ether des quantités considérables d'alcool (voir traité de chimie de Victor Grignard tome V page 978). En admettant avec Fourcroy et Vauquelin que l'ether est de l'alcool déshydraté par l'acide sulfurique, Boullay constate également qu'en dehors de quelques produits secondaires, il ne se forme que de l'ether et de l'eau. Cependant, si l'etherification est due au pouvoir déshydratant de l'acide, on ne comprend pas qu'une faible quantité de celui-ci puisse absorber une quantité illimitée d'alcool. En effet cette eau est recueillie avec l'ether ; mais, que devient alors le pouvoir déshydratant de l'acide ?

C'est alors qu'intervient l'acide sulfovinique, découvert par Dabit et qui précède la formation de l'ether : selon Vogel et Cay-Lussac (voir page 979 du même traité) Liebig (Annale chim-phys. 1834 - 55 - page 113) reconnut que cet acide est l'agent prépondérant de l'etherification et, d'après Lui, l'acide sulfurique enlève à l'alcool, non pas de l'eau mais de l'ether. Il se forme du sulfate d'éthyle à 1270, lequel se décompose à 140° en Ether qui se dégage et en acide hydrate. C'était la voie vers la théorie de Williamson qui, ayant traité l'alcoolate de sodium par l'iodure d'éthyle obtint :



2) - Préparation

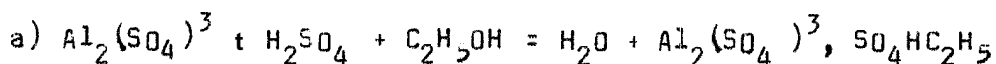
Nous convenons de dire avec Georges Eve (Voir Editions Magnard, Classe de Terminale page 347) que la déshydratation de l'alcool, en faisant passer des vapeurs d'alcool éthyliques sur de l'alumine chauffée vers 200°, une molécule d'eau est enlevée à deux molécules d'alcool et le nouveau produit obtenu $(C_2H_5)_2O$ est de l'éther ordinaire.



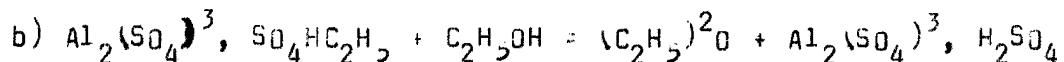
Cette déshydratation peut encore se faire en présence d'acide sulfurique concentré et, on obtient de l'oxyde d'éthyle suivant les conditions :

- En présence d'un excès d'alcool, la température se fixe à 140° et l'on aura presque uniquement de "l'éther sulfurique",

Senderens (Traité de chimie de V. Grignard Tome V page 990) soutient que la transformation catalytique de l'éthanol en oxyde d'éthyle est favorisée par l'addition de sulfate d'alumine à faible dose (5 % environ) au mélange alcool-acide, l'éthérification étant plus régulière et se faisant à basse température, ce qu'il explique par la formation d'un sulfate double d'alumine et d'éthyle. On aurait d'abord :



puis vers 120° - 130°, ce complexe donnerait :



A partir de ces données, des procédés industriels furent élaborés pour la fabrication de l'éther commercial,

II - OBTENTION DE L'ETHER ETHYLIQUE ANHYDRE A PARTIR DE L'ETHER DU COMMERCE

Le commerce nous livre de l'éther ordinaire marqué 56 Be, c'est donc dire qu'il n'est pas très pur, contenant encore de l'alcool (1/10 de son volume) de l'eau et d'autres substances, dans les proportions suivantes en % :

- 100 ml C: contiennent 56 ml d'éther pur

- $\frac{26}{10}$ ml = 6,5 ml d'alcool éthylique

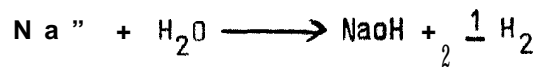
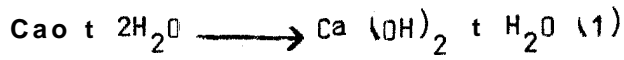
- et 100 ml = (56 + 6,5) = 38,4 ml d'eau + autres substances.

Au laboratoire, pour obtenir de l'éther anhydre, nous procéderons par distillation fractionnée.

II-? . Principe de la distillation

Pour obtenir de l'éther anhydre, on dessèche l'éther commercial

en contact, le distillat avec du sodium en fil jusqu'à ce qu'il n'se dégage plus de l'hydrogène. L'emploi de chaux vive et de sodium en fil se résume par les équations suivantes :



Donc de manière générale, nous avons à rectifier le mélange de deux liquides miscibles (éther + alcool). Pour y parvenir, nous emploierons l'appareil de Robert.

2) - Description de l'appareil

Il comprend un ballon (B), une colonne (C) remplie d'anneaux Raschig et protégée par une gaine transparente, un rétrogradeur ou déphlegmateur (D) sous la forme d'un réfrigérant vertical, assurant un bon lavage des vapeurs en tête de colonne, un étage abducteur (E) avec thermomètre, un réfrigérant descendant (R) et un flacon récepteur (F). Le chauffage est assuré par un chauffe-ballon électrique avec régulateur.

3) - Matériels et produits nécessaires

- Ether commercial
- Chaux vive
- Sodium en fil + support
- Ballon à distiller de 3 litres
- Appareil de Robert
- Chauffe-ballon et régulateur.

4) - Mode opératoire

Mettons dans le ballon (propre et sec) de la chaux vive puis une quantité suffisante d'Ether commercial, ensuite, montons la colonne et démarrons le chauffage. A la température t , il va bouillir et émettre une vapeur de composition C_1 . Cette ^{vapeur se condense dans le premier réfrigérant plus froid et donne un liquide de même} composition que C_1 . De nouvelles vapeurs arrivant du ballon, vont réchauffer le liquide C_1 et le fait bouillir à la température t_1 . Ainsi, les vapeurs les plus volatiles montent vers la tête de colonne et, celles moins volatiles, se condensent. Ceci permet aux nouvelles vapeurs venant du ballon de barboter dans le liquide, entraînant avec elles, les parties les plus légères vers le déphlegmateur. Celui-ci reçoit les vapeurs de la tête de colonne, en condense une partie et, celles plus volatiles montent vers l'abducteur et se dirigent vers le réfrigérant d'où elles se condensent et, on recueille l'éther obtenu dans le flacon.

Cependant, le chauffage doit être bien réglé de façon à ce que nous n'ayons que de l'éther comme distillat

En fin d'opération, le distillat est soumis au contact du fil de sodium en spirale, monte sur une potence : il se dégage de l'hydrogène et, quand le dégagement aura cessé, nous obtenons de l'éther Pur anhydre.

III * ANALYSE DU DISTILLAT

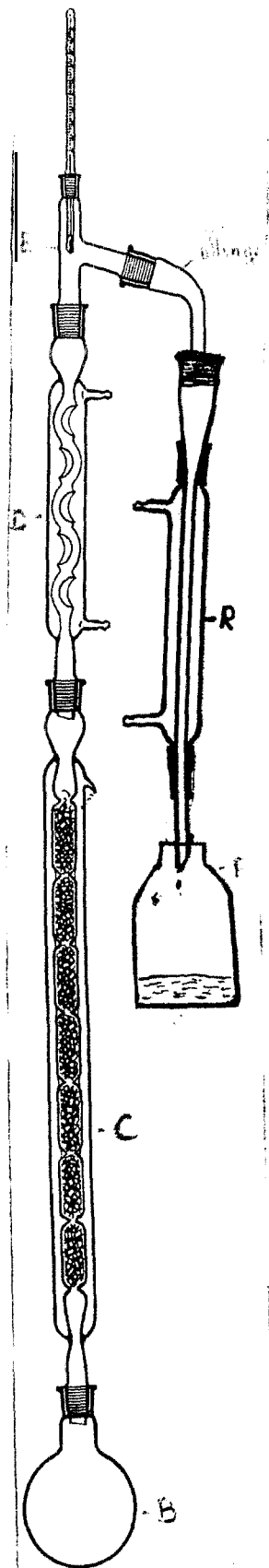
Des traces d'alcool dans l'éther sont décelées par l'acétate de Rosaline qui ne doit pas le raugir, ou de la potasse fondue qui, en 24 heures ne doit pas le jaunir, Tandis que les traces d'eau sont reconnues par du papier imprégné de chlorure de cobalt anhydre qui change de couleur.

- Les aldéhydes sont décelés par le réactif de Nessler qui ne donne rien dans l'éther pur.
- * Les dérivés Ethyléniques : par le sulfate mercurique qui, en une heure au moins, ne doit pas former de précipité d'opalescence dans le liquide aqueux (voir René Guinot = chim-industrielle 1926 page 323 à 330).

Pour obtenir 10 litres d'éther pur anhydre par semaine, nous devons disposer de : $\frac{1 \text{ l} \times 0,100 \times 10}{0,056} = 17,857$ litres soit environ 18 litres d'éther ordinaire,

Nous traiterons donc journalièrement

$$\frac{18}{5} \text{ l} \approx 4 \text{ litres/j.}$$



Éléments de remplissage pour colonnes à distiller

ROBERT



Anneaux lisses dits "anneaux Raschig" en verre

Fig 2

Coupe de la Colonne



Fig 3

Déshydratation du distillat

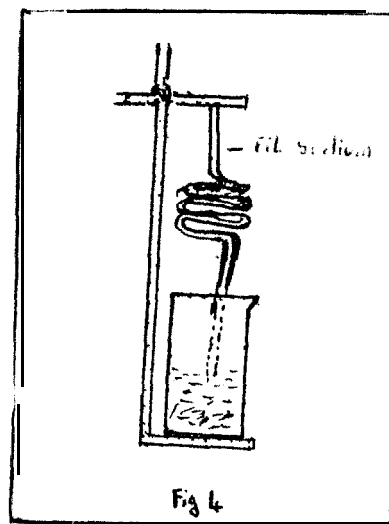


Fig 4

Colonne de Robert, ensemble en verre borosilicaté comprenant la colonne proprement dite garnie d'anneaux de verre, un ballon de 500 ml, un réfrigérant à chicanes de 250 mm, un tube abducteur, une allonge, et un thermomètre rodé gradué de -10 à $+360$ °C. Le tout est assemblé par rodages 29/32, sauf le thermomètre, ce dernier monté sur rodage de 14/23.

Fig 1

LE BENZENE ANHYDRE A PARTIR DE BENZENE DU COMMERCE

Le Benzène a été découvert par Faraday, en 1825, dans le gaz d'éclairage comprimé et, les premières expériences de préparation industrielle du carbure, à partir de la houille, datent de 1849. Le nom de Benzène lui a été donné par Mitscherlich qui l'obtient par distillation de l'acide benzoïque, en présence de chaux sodée. (Voir Cohen - chem wæckblad Tome I de 1925 - 22 - page 319). L'industrie nous livre du Benzène "dit" commercial à 90 % de benzène pur. De qualité convenablement choisie, il se prête à plusieurs usages, lorsqu'il subit une rectification supplémentaire. Le benzène commercial contient comme impuretés principales les homologues correspondants de la série du Thiophène. Les impuretés secondaires sont des carbures saturés ou Ethyléniques. La suppression du Thiophène ou de ses homologues se fait de paire avec celle des hydrocarbures éthyléniques. On ne parvient pas à séparer entièrement les carbures saturés, s'il en existe,

Le Thiophène peut être enlevé par agitation avec du chlorure d'aluminium (voir traité de chimie organique de V. Grignard Tome IV), selon Hallen et Michel, par lavage avec l'acide sulfurique étendu ou concentré (qui sulfone le Thiophène avant le benzène) ; on peut aussi traiter pendant une heure un kilogramme de benzène par 40 grammes d'oxyde de mercure et 40 cm³ d'acide acétique. On recommande aussi les traitements successifs par les oxydes de l'azote et l'acide sulfurique ou par l'ammoniac ou enfin par le méthanol et l'acide sulfurique,

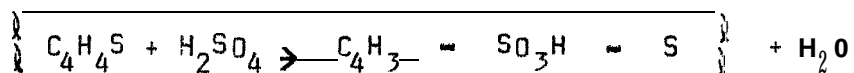
On peut encore obtenir le benzène à l'état de pureté en décomposant par l'eau, le bromure de phénylmagnésium ou en hydrolysant l'acide benzène-sulfonique, vers 175° par entraînement avec la vapeur d'eau et l'acide sulfurique.

Pour obtenir du Benzène anhydre et de plus grande pureté chimique, on le fait participer à une réaction. La faible quantité d'eau dissoute dans le benzène est ensuite éliminée par un déshydratant convenablement choisi.

I - OBTENTION DU BENZENE PUR ANHYDRE

1-1) - Principe :

L'acide sulfurique ajouté à du benzène, après agitation, sulfone le Thiophène avant le benzène selon :



Le Thiophène sulfoné et l'eau formée sont éliminés par décantation à l'aide de fiole à décanter (l'opération sera répétée plusieurs fois pour

Au benzène ainsi lavé par l'acide, on ajoute une petite quantité de CO_3Na_2 en vue de neutraliser les gouttelettes d'acide ou le dérivé sulfoné qui peuvent rester en mélange. On filtre puis distille sur sulfate de calcium (CaSO_4). Cet anhydre présente peu de variations d'efficacité lorsque la température s'élève jusqu'à 100° . Ainsi, les liquides organiques bouillant au-dessus de 100° peuvent être complètement déshydratés par contact avec le sulfate granulé, dans la ballon même de distillation, CaSO_4 est neutre et chimiquement inactif, la dissolution de l'eau dans le benzène étant environ de 2,11 ml/litre.

Ceci est le principe de la méthode la plus simple, cependant d'autres auteurs se sont penchés sur des travaux de purification du benzène ainsi selon Bougault, Cattelain et Chabbrier (Bull. soc. chim 1940 - paragrapha 7, page 780), on peut agiter énergiquement le benzène avec une petite quantité de Nickel de Raney, la désulfuration est complète en 10 minutes environ (voir Substances Naturelles de Synthèse Tome I ; Publication de Léon Velluz - page 105). Dans ce même traité Haller et Michel ; à la même page, préconisent que le Benzène sec peut être traité par 1 à 5 % de chlorure d'aluminium, sous flux pendant une demi-heure, puis distillé, lavé et séché.

1.2) - Mode opératoire

A - Produits et matériel nécessaires

- Benzène commercial 90 %
- Acide sulfurique concentré
- Carbonate de sodium (Na_2CO_3)
- Sulfate de calcium granulé (CaSO_4)
- Fioles à décanter de 800 cc (4) avec support (ou ampoules à décanter)
- Agitateur rotatif à cadre mobile
- Flacons à ouverture étroite
- Fioles à vide et trompe à eau
- Rondelles de filtre en papier + Büchner ou Ensemble de conversion en filtre à entonnoir
- une colonne vigreux
- chauffe-ballon électrique avec régulateur
- ballon à distiller.

On traite deux litres de benzène par jour en mettant 500 ml de solvant dans chacun des 4 flacons + 50 ml d'acide sulfurique concentré, on bouche avec des bouchons en caoutchouc et on monte sur agitateur rotatif pendant quelques minutes. On arrête et, à l'aide d'un entonnoir, transvase dans des ampoules à décanter, montées sur support, puis on laisse reposer, jusqu'à ce que les liquides soient complètement séparés à la base, on tourne et on

supérieure.

En ouvrant le robinet de chaque ampoule (bien graisse au préalable), on laisse s'écouler entièrement la phase inférieure dans des béciers que l'on élimine après.

Le benzène est repris en flacons par 50 autres ml d'acide, on soumet encore à l'agitation, au transvasement, et à la décantation. L'opération sera répétée jusqu'à ce qu'on ne décelle plus la présence de Thiophène, après teste.

A la dernière décantation, on transvase dans des flacons propres et secs en y ajoutant du carbonate de sodium anhydre, agite énergiquement puis filtré sur büchner, sous vide (pour rendre l'opération rapide). Lors de la filtration il est nécessaire de prendre soin de monter un flacon de garde entre la trompe à eau et la fiole où doit s'écouler le filtrat : en cas de retour d'eau, celle-ci ira dans le flacon de garde et non dans le filtrat.

B) - Distillation

Le filtrat est versé dans le ballon à distiller de 3 litres et, on y ajoute une petite quantité de CaSO_4 anhydre en granule pour absorber la petite quantité d'eau dans le benzène $\approx 2,11\%$.

La distillation peut même s'effectuer à l'aide d'une colonne simple, car, l'eau étant retenue, seul le solvant distille mais, pour éviter des retombées de liquide condensé par les parois de celle-ci, nous utiliserons la colonne de vigreux.

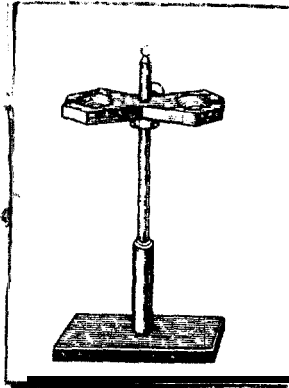
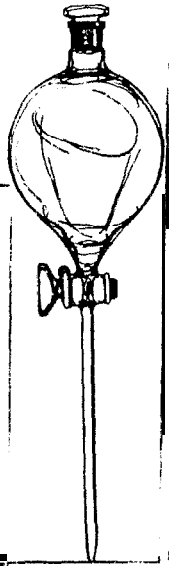
Le ballon est porté à la température d'ébullition du benzène ($80^\circ, 20$) et le distillat recueilli en flacon à col étroit (évitant l'évaporation du Benzène) est du Benzène pur et anhydre.

En traitant deux litres par jour, nous arriverons à avoir 10 litres dans la semaine.

II - CONTROLE

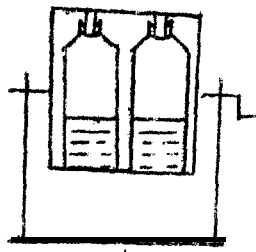
Une des réactions les plus sensibles est celle de l'Isatine sulfurique. on agite un mélange de 10 ml de solvant et 2 ml de solution sulfurique à 0,5 % d'Isatine. La phase sulfurique ne doit pas se colorer en bleu.

AMPOULES à
DECANTER



Support

(Fig 1)



agitateur
Rotatif à deux
bouteilles

Fig 2

Flacon

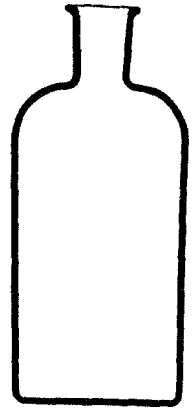
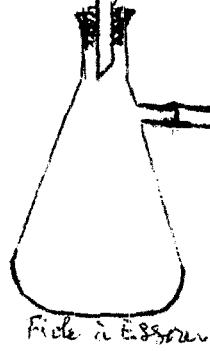


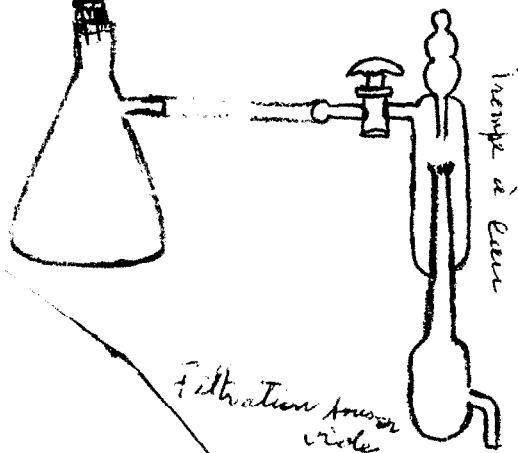
Fig 3

Filtration

Le bûchner



Fiole à Essorer



Pompe à Eau

Filtration sous
vide

Montage du Büchner



Fig 5

Fig 4

ENSEMBLE DE CONVERSION EN FILTRE A ENTONNOIR

Un entonnoir et un joint Nalgène à vide, transforment un support filtre avec récipient récepteur en support de filtre à entonnoir.

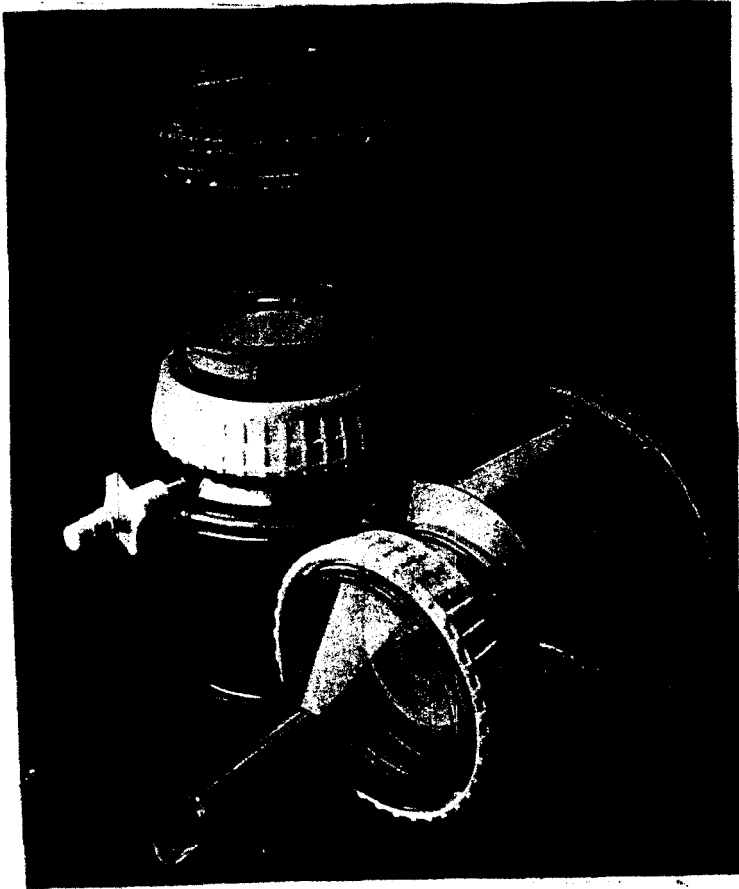


Fig 6

Colonne à distiller
type Vigreux

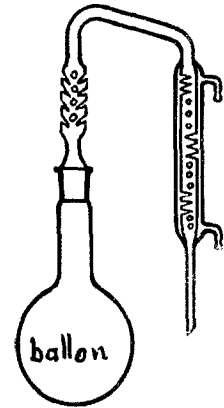


Fig 7

Chauffe-ballon + Régulateur
+ Ballon à Distiller



Fig 8

1 a - OBTENTION DE L'ALCOOL ETHYLIQUE ABSOLU
A PARTIR DE L'ALCOOL ETHYLIQUE DU COMMERCE

L'alcool éthylique ou ttthanol, qu'il soit de fermentation ou de synthèse, ne renferme que de très faibles quantités d'aldéhydes. Il faut séparer l'alcool de l'eau et aussi de ses homologues qui se forment en même temps que lui. Pratiquement, on le sépare à l'état d'azéotrope ; c'est l'alcool dit à 95° qui bout environ à 78,4°. L'alcool à 95° est la forme la plus courante de l'alcool du commerce ; pour en tirer l'alcool pur ou absolu, diverses méthodes peuvent être utilisées au labo. C'est la raison pour laquelle des recherches ont été dirigées vers la déshydratation de cet alcool industriel, soit par une méthode purement chimique, faisant appel à un absorbant de l'eau, solide ou liquide, comme l'avaient suggéré Gay-Lussac, Pajot-Decharme, Huguenet, Maire, Pierre et Puchet, Deininguer (R. Piqua. C.R. Long. chimie industrielle 1924, pages 200 à 217) ; soit par une méthode physico-chimique, basée sur les propriétés des vapeurs mélanges complexes,

a) - Méthodes chimiques :

L'élimination de l'eau est fréquemment obtenue par ces méthodes chimiques, c'est-à-dire à l'aide de réactifs qui fixent l'eau sous forme d'hydroxydes, d'hydrates et autres combinaisons.

Ainsi certains métaux comme le sodium, le calcium et le magnésium, agissent par destruction de l'eau. La chaux anhydre, la baryte anhydre, agissant également par fixation chimique de l'eau, avec formation d'un acide ou d'un hydroxyde, A cet effet E.L. Smith (J. chim. soc. de 1927 page 1288) offrit une méthode élégante et valable pour tous les alcools, en dissolvant un poids de sodium en excès sur la quantité d'eau à éliminer et en ajoutant une molécule de succinate d'éthyle par atome de sodium. La soude saponifiant l'ester, sa disparition déplace l'équilibre et la réaction de l'éthylate sur l'eau devient complète, on chauffe à reflux pendant deux heures, puis on fractionne pour séparer le succinate d'éthyle en excès. L'alcool recueilli contient moins de 0,01% d'eau et, au plus des traces d'ester,

Cependant, ni la chaux, ni le sodium, n'assurent une déshydratation rigoureuse et la chaux présentant également des pertes considérables. Les alcoolates étant facilement oxydables car en présence d'air, il peut se former de petites quantités d'al déhydea ; de ce fait l'emploi du sodium nécessite beaucoup de précautions. Le calcium a l'inconvénient d'introduire de l'ammoniac par son nitrure, tandis que le magnésium doit être activé par un peu d'iode et que sa réaction ne démarre qu'à lorsque le solvant à traiter contient moins de 1 % d'eau.

b) - Application des phénomènes d'azéotropisme

Revenant sur les travaux de Sydney Young et Fortrey en 1901-1902 (voir Traité de chimie organique - Tome V p. 962, Par Victor Grignard), H. Guinot avait expérimenté (en 1923) le trichloréthylène, le tétrachlorure de carbone, le Cyclohexane, l'acétate d'éthyle, le benzène, et résumait ainsi ses conclusions : un bon entraîneur doit conduire à un mélange ternaire aussi riche que possible en eau ; le benzène se conduisant comme corps accessoire à être retenu. Le mélange d'alcool Hydraté et de benzène se comporte comme un Flegme à épurer, l'alcool absolu figurant comme produit de queue à l'égard d'une vapeur ternaire se produisant au-dessous de 70° .

Les expériences menées par J. Barbaudy ont déterminé avec la plus grande précision, les champs de distillation du système ternaire Eau-Alcool-Benzène et fournissent l'explication définitive du mécanisme des opérations à l'aide de son fameux triangle des concentrations (voir Trait. de chim. org. Tome V par V. Grignard page 963).

Que l'on considère le triangle des concentrations AEB. Le côté AE se rapporte au système alcool-Eau et le point a, sur ce même côté AE est fort proche du sommet A, à leur azéotrope Benzène-alcool ; sur BE, e l'azéotrope Eau-Benzène.

Quand on a joint à l'alcool aqueux le carbure C_6H_6 , on rompt l'azéotropisme au voisinage du point a ; le contact cesse entre les surfaces de rosée et d'ébullition, mais on établit les trois lignes "infranchissables" Ma, Mb, Me, qui délimitent les trois champs de distillation, Aa Mb ; alcool ; Bb Me : Benzène ; fa Me : eau. Or, il est essentiel, pour aboutir à l'alcool absolu, de mettre en jeu une telle quantité de corps "entraîneur" que le point figuratif du complexe quitte le champ Ea Me pour entrer dans le champ Aa Mb. Le point g, intersection de la droite BF et de la courbe Ma, indique la concentration minimum en benzène ; en contre partie, si l'on dépasse la teneur indiquée par h (point de rencontre de Bt et de Mb), le point figuratif rentre dans le champ Mb Be : à la distillation, on obtient des vapeurs de l'azéotrope ternaire, et, comme résidu, du benzène. Le triangle des concentrations donne enfin le titre minimum à adopter pour le liquide alcoolique initial : il correspond au point N, où la droite ME coupe le côté AE.

J. Barbaudy (Mémorial des Sc phy, Fasc V - 1928 page 49 à 54) fixe comme limites au poids de carbure à ajouter, 1 et 2,4 parties pour 1 partie d'éthanol, estimant que 0,85 partie du corps entraîneur (Benzène) pour 1 partie d'alcool, était une proportion assez faible,

I - UTILISATION DU TERNAIRE EAU-ALCOOL-BENZENE

I-1) - Principe :

Le phénomène d'azéotropie ne se produit en général qu'entre des composants dont les températures d'ébullition ne diffèrent pas plus de 20°. Il est favorable à la production de solvants anhydres, au laboratoire lorsque l'azéotrope avec l'eau, bout à température plus basse que le solvant ; on recueille alors l'azéotrope, puis le solvant anhydre : c'est le cas avec le benzène. Ces trois liquides Eau (T.Eb 100°) + alcool (T.Eb 78,4°) + Benzène (T.Eb 80,1°) donnant un ternaire à point d'ébullition minimum en-dessous de 70° qui entraîne avec lui toute l'eau lorsqu'on distille l'alcool à 95°, en présence d'une quantité suffisante de Benzène ; il reste ensuite un mélange de Benzène et d'alcool, qui se scinde également par distillation, en un azéotrope entraînant tout le benzène. Il reste comme résidu, l'alcool absolu,

Si l'on opère la distillation dans un appareil à fort pouvoir de séparation, à la température de 64,85°, il passe un mélange Eau + Alcool + Benzène, répondant à la composition suivante (en %) : Alcool = 18,5 - Eau 7,4 - Benzène 74,1. Ainsi toute l'eau est entraînée par le benzène et, il ne restera dans l'appareil que le mélange Alcool + Benzène.

Ce binaire restant atteint 68,25°, alors, on peut recueillir un mélange donnant à l'analyse : Alcool 32,41 % - Benzène 67,59 %. L'entraîneur est enfin éliminé à son tour et, on obtient comme résidu, l'alcool absolu (voir H. Guinot - Trait. de chimie organique Tome V page 964 par V. Grignard). Le second binaire à 32,41 d'alcool et 67,59 % de benzène est redistillé dans une seconde colonne simple pour la séparation complète des deux liquides. Ainsi nous constatons qu'il n'y a pas de perte d'alcool, ni de benzène ; seule l'eau a été éliminée.

En opérant simultanément à l'élimination de l'eau par l'appareil de Charles et à la séparation de binaire alcool-benzène dans une autre colonne, nous parviendrons à traiter environ trois litres d'alcool en employant 6 litres de Benzène (pour une partie d'alcool à l'aide de deux parties de Benzène), par jour.

I-2) - Description des appareils

L'appareil de Charles :

Elle se compose d'une colonne en verre équipée de plateaux perforés en acier inoxydables munis de siphons régulateurs, un étage supérieur (sorte de réfrigérant) où se condensent les vapeurs, avec un robinet d'extraction des liquides condensés et un tube de retour par où l'excédent de liquide revient à la

b) Colonne simple

Elle est composée d'un tube simple protégé par une gaine transparente en verre, et d'un réfrigérant à serpentín en spirales.

1.3) = Matériels et produits nécessaires

- = colonne de Charles + thermomètre
- = appareil à distillation simple
- = 2 ballons de distillation de 3 litres
- = 2 chauffe-ballons + 2 régulateurs
- = des flacons de récupération du distillat ou éprouvettes de 2 litres
- = 3 litres d'alcool à 95°/jour
- = 6 litres de Benzène/jour

II = MODE OPERATOIRE

Dans le ballon à distiller, on introduit 1 litre d'alcool 95° et deux litres de benzène, on mante la colonne de Charles et on démarre le chauffage. A 64°85, on laisse la colonne travailler en Cycle ferme pendant quelques minutes en vue d'opérer le classement des plateaux, puis on extrait Par le robinet la quantité nécessaire à l'évacuation de toute l'eau dans le mélange soit un volume de : $\frac{1000\text{cc} \times 7,4}{100} = 74 \text{ ml}$. Par le tube de retour, l'excédant revient dans la colonne.

Le binaire! restant est porte à 68,25°, on laisse encore l'appareil travailler pendant quelques minutes puis on extrait par le robinet tout le benzène restant, mélangé à une certaine quantité d'alcool soit 32,41 % du volume extrait. Cette quantité à retirer pour la seconde fois et de :

$$\frac{2000 \text{ ml} \times 67,59}{100} = 1351,8 \text{ ml}.$$

Il restera enfin dans le ballon 1 'alcool pur anhydre.

L'alcool entraîné dans le mélange binaire Alcool-benzène est récupéré par une distillation simple, dans le deuxième appareil, après que le benzène ait distille.

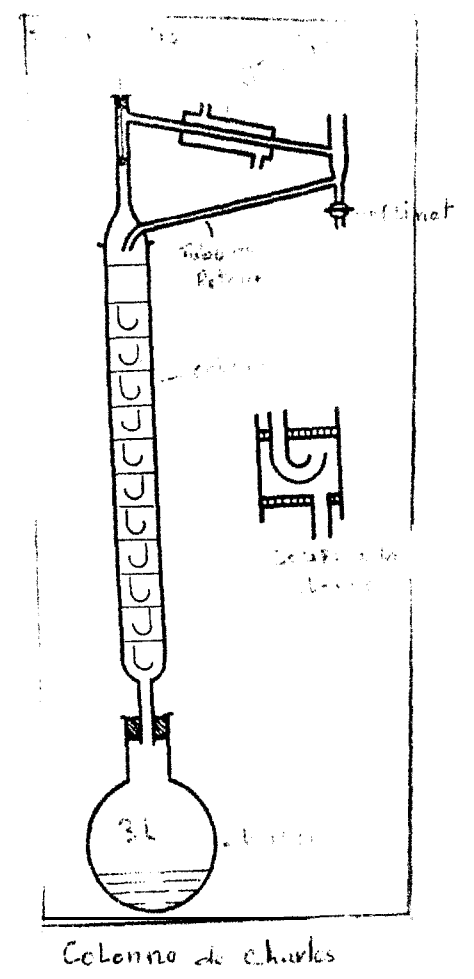
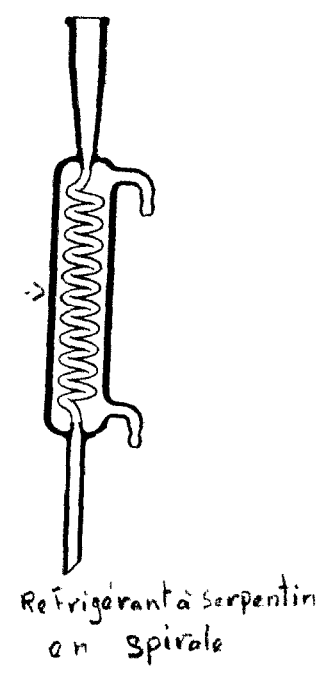
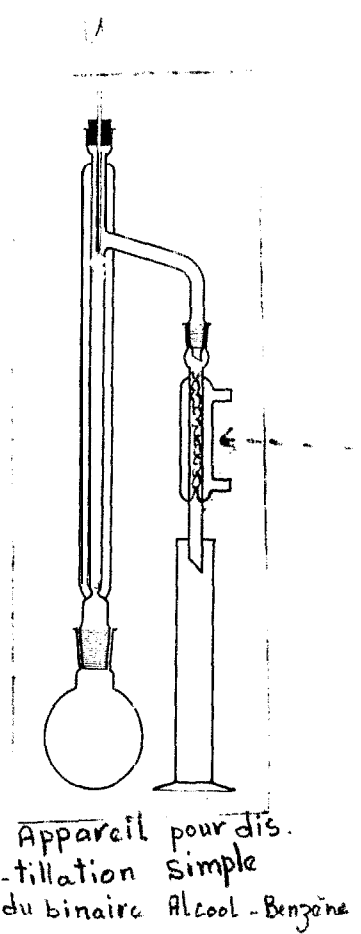
Quand la 2ème colonne est mise en marche, on change le ballon de l'appareil de Charles et on recommence l'opération. Ainsi, avec cette sorte de rotation, nous parvenons facilement à traiter 2 à 3 litres d'alcool par jour et 10 litres par semaine.

III = ANALYSE DE L'ALCOOL OBTENU

Pour vérifier qu'un échantillon d'alcool est absolu, on le divise en deux portions : l'une est mise en contact avec de la baryte anhydre en excès ; si l'alcool est absolu, une partie de la baryte donne de l'éthylate de barium soluble. Par filtration on sépare l'éthylate de barium de la baryte

. il ne doit pas y avoir de **précipité** ;

▪ si au contraire, **l'échantillon contenait** de l'eau, celle-ci a été détruite par **l'action** de la baryte anhydre, et l'alcool absolu formé, peut ensuite dissoudre de **l'éthylate** de barium, Mais en mélangeant le **filtrat** à la portion mise en réserve, il se fera un **précipité** de baryte, caractéristique d'un alcool non anhydre. Dans tous les cas, il est bon, lorsqu'**aucun précipité n'apparaît** dans le mélange, de faire la contre-épreuve en ajoutant à celui-ci de l'alcool à 95° pour **vérifier qu'il** contient effectivement de l'éthylate de barium,



(3)

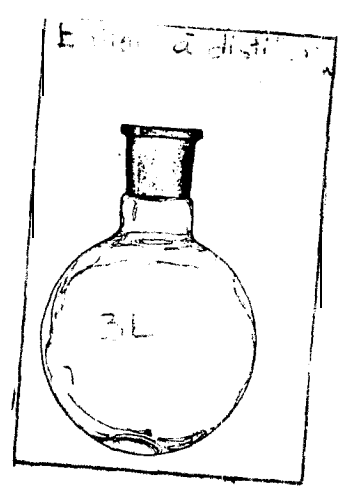


Pour la récupération
des distillats

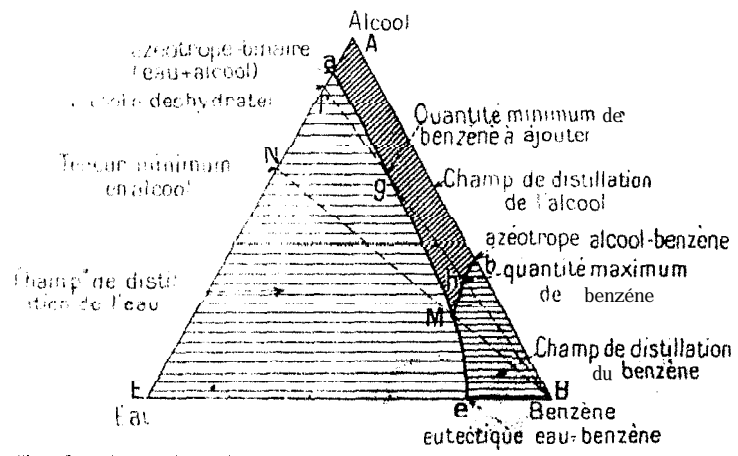
(4)



Ensemble complet de
ballon + chauffe - ballon
+ Régulateur



Triangle ternaire eau-alcool-benzène
de J. Benbenky



1-b NETTOYAGE DES APPAREILS A L'AIDE D'ACETONE
ET PURIFICATION DE CETTE ACETONE SOUILLEE

Les appareils ayant servi à la purification de l'éther éthylique, du benzène et de l'alcool éthylique, recellent comme impuretés principales :
pour :

- alcool : les aldéhydes et les alcoolates oxydables
- éther : les peroxydes
- Benzène : le Thiophène et ses homologues

Le traitement pratiqué au Laboratoire, à l'aide d'acétone qui est totalement miscible avec un grand nombre de corps, notamment l'eau, l'alcool, l'éther, le benzène... d'une part, et d'autre part, un excellent solvant de corps organiques et même minéraux, débarrasse ces appareils de leurs impuretés oxydables, ou acides, et de l'eau.

Du nettoyage des appareils à la purification de l'acétone souillée, nous passerons par trois stades importants :

- I - Nettoyage proprement dit et récupération de l'acétone souillée
- II - La purification de l'acétone souillée
- III - La déshydratation de l'acétone purifiée

I- NETTOYAGE DES APPAREILS ET RECUPERATION DE L'ACETONE SOUILLEE

1° - Principe :

En distillant l'acétone pur à l'aide d'un des appareils, toutes les impuretés entraînaibles se trouvant dans la colonne, sont recueillies dans le distillat. L'autre partie du liquide restant dans le ballon est versée dans le distillat ; on rince le ballon, une seconde fois avec de l'acétone pure,

a) Mode opératoire :

Dans le bouilleur de l'appareil, introduisons, environ, 1 litre d'acétone pure, et, portons le liquide à l'ébullition. Les vapeurs portant du bouilleur, entraînent les impuretés de la colonne. Le distillat est recueilli dans un bûcher de 2 litres, Quand la moitié de l'acétone aura distillé, on arrête le chauffage et on transvase. Ce qui reste du ballon, dans le bûcher, ensuite, on rince le ballon avec 100 ml de solvant pur et on rajoute dans le liquide de récupération qui sera soumis à la purification, De la même manière tous les appareils sont nettoyés, puis séchés à l'étuve.

II - PURIFICATION DE L'ACETONE SOUILLEE

Pour ce faire, plusieurs méthodes ont vu le jour sous la direction de savants et de chimistes. Hudson et Wardill mirent au point une méthode de

purification consistant en un traitement par le permanganate de Potassium, en milieu sulfurique, puis par le nitrate d'argent, en milieu aléolin. (voir Léon Velluz dans Substances Naturelles de Synthèse - Tome 1 - page 113). Mais, lorsqu'on veut obtenir un produit de très grande pureté, il est indispensable de recourir à un composé intermédiaire. Ainsi, le solvate avec l'iodure de Sodium ($\text{NaI} \cdot 3\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$) est d'une application plus simple,

IX-1 - Principe :

On sature l'acétone d'iodure de sodium sec, entre 25° et 30° , décante, refroidit la solution à une température maintenable, pendant la filtration environ $[-10^\circ]$ sous une hotte réfrigérée ou en chambre Froide. On filtre sur büchner ou verre fritté, transfère le sel froid dans un récipient et le chauffe à 30° (dans un bain-marie) pour décomposer le solvate en iodure de sodium anhydre et acétone, On décante le liquide, le distille, récupère les 9/10 pour la deshydratation et on rejette le dernier dixième.

II-2 - Matériels et produits nécessaires :

- Acétone = 1100 ml par appareillage
- iodure de sodium
- filtres büchner ou creusets filtrants
- béciers de 2 litres
- bain-marie
- appareil courant de distillation
- ampoules à décanter
- fioles à vide pour filtration rapide,

II-3 - Mode opératoire :

Dans le bécier contenant l'acétone, et maintenu à la température de 25 à 30 par un bain-maria, on ajoute de l'Iodure de sodium, jusqu'à saturation complète, puis on décante. La solution est refroidie sous hotte réfrigérée, avec tout le matériel de filtration à la température de -10° .

Le sel froid est transféré dans un autre bécier qui sera chauffé à 30° , dans le bain-marie, pour la décomposition du solvate en iodure de sodium anhydre et acétone, Le liquide obtenu sera décanté ensuite, on le distille à l'aide d'une colonne simple. Le distillat sera recueilli dans un flacon de 1 litre (9/10 de son volume), puis on élimine le dernier dixième. Le liquide ainsi purifié sera suivi d'une deshydratation pour parfaire sa pureté.

III - DESHYDRATION DE L'ACETONE

La déshydratation de l'acétone n'est pas un problème aussi simple que la plupart des solvants. Tous les déshydratants acides ou fortement alcalins sont exclus, Il reste le chlorure de calcium et le carbonate de potassium qui doit être calciné avant son emploi.

111-1 - Principe

Le chlorure de calcium fixe l'eau de l'acétone, sous forme d'Hydroxyde, tandis que le solvant anhydre distille.

Mode opératoire

Dans le ballon, introduisons du chlorure de calcium, puis ajoutons le solvant à déshydrater ; montons une colonne vigreux et démarrons le chauffage. A 56° - 57° , le solvant distille et on élimine les 20 premiers ml. Le reste du distillat est conservé en flacon muni d'une garde de CaCl_2 , prêt pour un autre emploi.

IV - CONTROLE

Les aldéhydes sont décelés par la coloration rouge violacé que prend, après une demi-heure de repos à l'obscurité un mélange de 5 ml d'acétone + 5 cm³ d'eau + 5 cm³ de réactif de Schiff, L'acétone recelle quelques traces de méthanol qu'on peut identifier après son oxydation en formol : on mélange 1 ml d'acétone + 5 ml d'eau + 2,5 ml de permanganate de potassium à 2 % et 0,2ml d'acide sulfurique concentré. Après trois minutes, on détruit l'excès de permanganate, en y ajoutant 1 cm³ d'acide oxalique à 10 % puis, on additionne 1ml de H_2SO_4 + 5 ml de réactif Schiff. Une coloration rouge-violacé décelle le formol.

Le réactif de Schiff est préparé en ajoutant à 25 ml de solution aqueuse à 1 % de Fuchsine basique, 15 ml de bisulfite de sonde à 35° Bé + 50 ml de H_2SO_4 dilué au 1/10 puis, on complète à 200 ml avec de l'eau distillée. Après 30 minutes à l'obscurité, on filtre sur charbon actif.

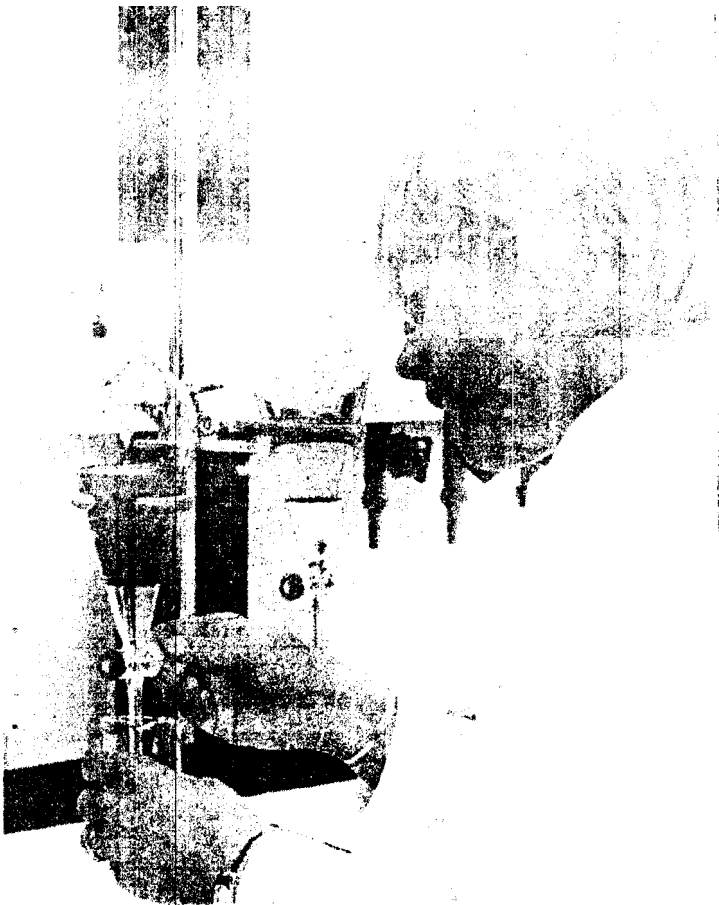
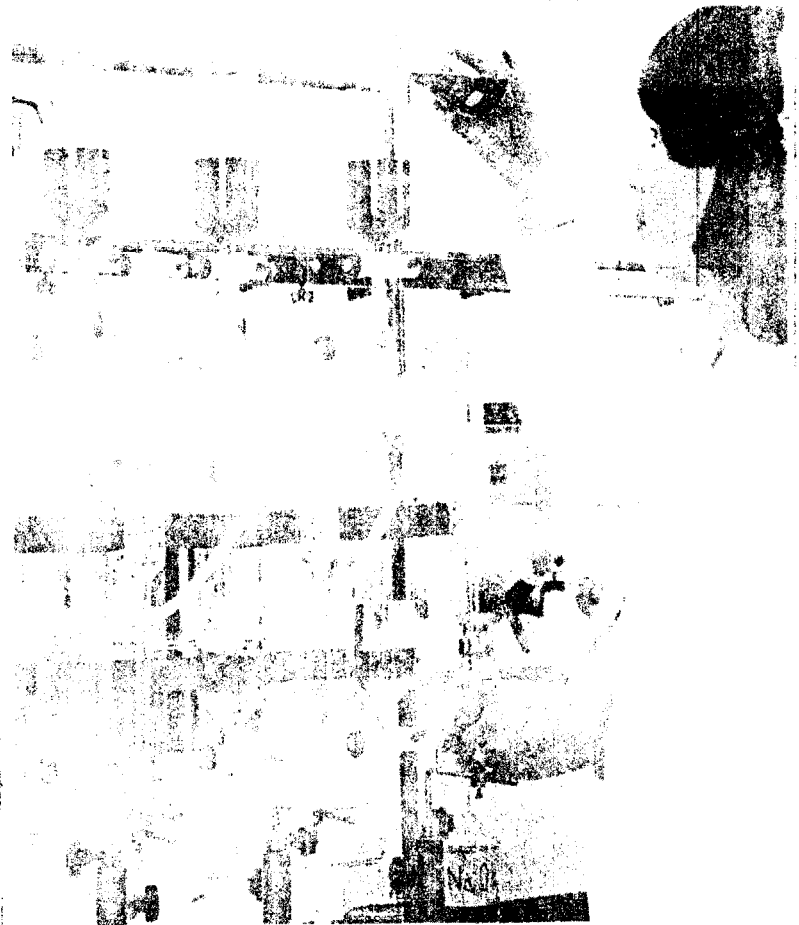
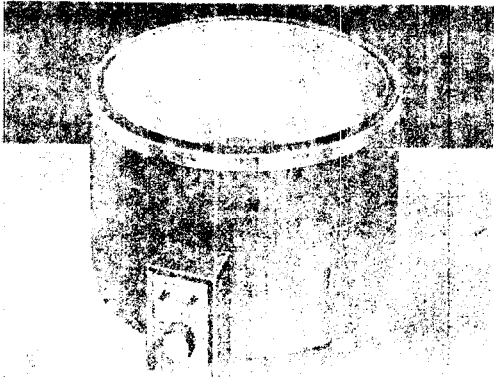
(2-b)



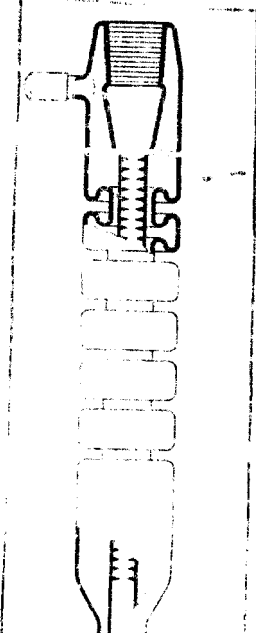
(1-b)

(3-b)

Bain-marie au bain d'huile pour bains jusqu'à 1 l



(4-b)



24/100
100/100

Fig. 5. a) and b)



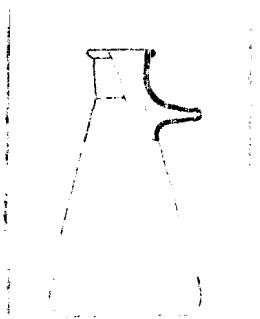
(5. b)

Fig. 6. a) and b)



(6. b)

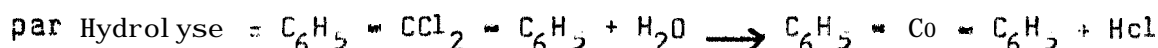
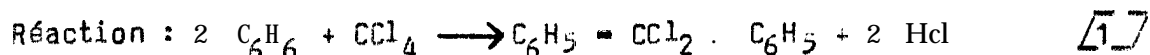
Fig. 7. a) and b)



(7. b)

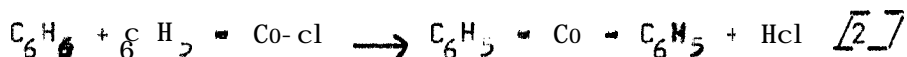
2°) - PREPARATION DE LA BENZOPHENONE PURE A PARTIR DE TETRACHLORURE DE CARBONE ET DE BENZENE (Réaction Friedel et Craft)

La benzophénone est l'une des cétones aromatiques les plus importantes, aussi, ses modes de préparations sont-ils assez nombreux. La réaction de Friedel et Craft en est la plus utilisée. Cette réaction peut s'effectuer avec le benzène et le tétrachlorure de carbone, le dichlorodiphényl méthane formé intermédiairement étant ensuite hydrolysé par l'eau,

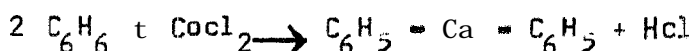
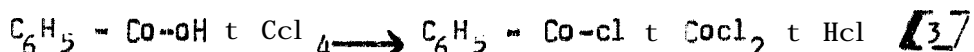


Le rendement en benzophénone est de 89 %

Cependant, il n'en demeure pas moins que la réaction la plus importante parmi celles de Friedel et Crafts est celle qui consiste à condenser du benzène et du Chlorure de Benzoyle, en présence d'un catalyseur dont le principal est le Chlorure d'aluminium (Rendement BB %).

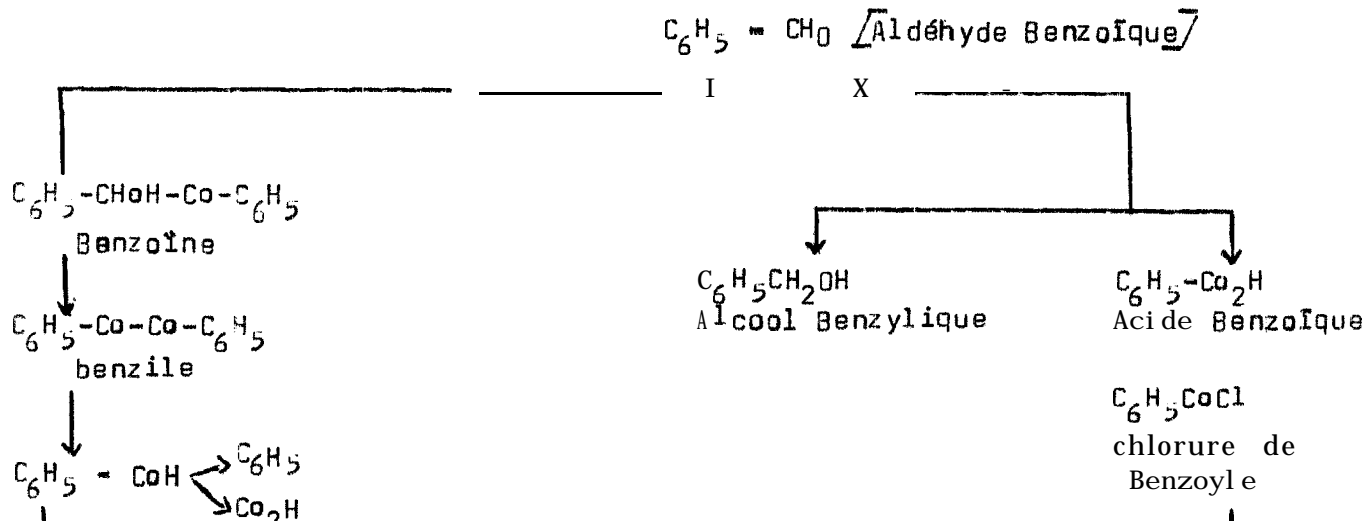


La préparation du Chlorure de benzoyle à l'aide de tétrachlorure de Carbone et d'acide Benzoïque, met en évidence un corps non moins important, le phosgène dont la condensation sur le benzène conduit également à la benzophénone avec un excellent rendement.



La préparation de la benzophénone par condensation du benzène sur la chlorure de benzoyle (obtenu préalablement par l'acide benzoïque et le tétrachlorure de carbone) suivant la réaction de Friedel et Crafts se fait alors en deux temps :

I - PREPARATION DU CHLORURE DE BENZOYLE



Partant de ce tableau tiré de l'édition "Manipulation de chimie organique", (par G. Vavon page), nous observons deux types de réaction des aldéhydes aromatiques : La benzoïnation (à gauche) et la réaction de Cannizaro (à droite) .

a> Benzoïnation

La condensation sur lui-même de l'aldéhyde benzoïque, en présence d'un Cyanure alcalin, fournit la benzoïne qui donna par oxydation, le benzile qui se transposera en acide benzilique. L'oxydation de l'acide benzilique conduit à la benzophenone mais ici nous n'avons qu'une mode de formation et non une préparation à proprement parler.

b) Réaction de Cannizaro

Elle est réalisée par chauffage de l'aldéhyde benzoïque, en présence d'une solution de soude, et fournit en quantité équimoléculaires de l'alcool benzylique et du benzoate de sodium. L'acide benzoïque sera déplacé de son sel de sodium par un acide minéral, puis transformé en chlorure de benzoyle qui nous conduira à la préparation de la benzophénone. Ici, nous prendrons comme agent de chloruration : le trétrachlorure de carbone,

I-1) - Préparation du chlorure de Benzoyle

a> Principe :

Le chlorure de benzoyle est fourni par la chloration de l'acide benzoïque à l'aide de tétrachlorure de carbone pris comme agent de chloruration (voir équation n° 3). La présence de phosgène nécessite à opérer à basse température pour éviter sa diffusion avec le gaz chlorhydrique à la température ordinaire,,

b) Mode opératoire :

L'appareil est constitué d'un ballon de 500 ml avec et, d'un réfrigérant de Grignard, d'un tube de garde à chlorure de calcium pour éviter les rentrées d'humidité. Le gaz chlorhydrique sera absorbé par de la soude

Dans le ballon de 500 ml, posée dans un bain-marie contenant de la glace pillée (pour maintenir la température basse), on verse par le tube latéral, l'acide benzoïque et le tétrachlorure de carbone : il se dégage de l'HCl gazeux qui sera absorbé par la lessive de soude. Lorsque ce dégagement gazeux aura cessé, on adapte une colonne à distiller de type Claisen, et on réchauffe le ballon dans un autre bain-marie, à la température d'ébullition de l'oxychlorure de carbone (8° à 10°). Le distillat est récupéré dans un flacon taré, entouré de glace. Le flacon est muni d'un bouchon troué pour éviter l'évaporation rapide du phosgène (COCl₂). Il sera ensuite pesé pour s'assurer de la fin de la distillation. Ensuite, sous pression réduite, à 88°, on distille le chlorure de benzoyle. La première fraction distillant

à 70°-80°, sera rectifiée à nouveau par une colonne vigreux,

Le chlorure de benzoyle ainsi préparé est alors prêt à l'emploi pour l'obtention de la benzophénone.

I-2) - Préparation de la benzophénone (Réaction de Friedel et Crafts)

a) Principe de la réaction de condensation :

Un grand nombre de corps peuvent se condenser avec les carbures benzéniques, en présence de chlorure d'aluminium. Ainsi, les chlorures d'acide se fixent avec la plus grande aisance sur les carbures benzéniques, avec production de cétones aromatiques. Le chlorure benzoïque et le benzène fournissent la benzophénone (Friedel et Crafts Ann, chim, phys, 1884-1-461), et il se dégage du gaz HCl. (voir Equation n° 2). La réaction s'applique tout aussi bien aux chlorures d'acide cycliques : le phosgène fournirait alors, des cétones symétriques et le benzène se transformerait en benzophénone (voir équation n° 3), d'où l'importance du procédé.

b) Matériels et produits nécessaires :

- ballon de 200 ml + ballon à distiller sous pression réduite (Vigreux) ;
- réfrigérant Grignard ;
- Tube de garde à chlorure de calcium ;
- un absorbeur à soude ;
- Benzène ;
- Chlorure de Benzoyle ;
- Sulfure de carbone ;
- Chlorure d'aluminium anhydre ;
- Ether.

c) Mode opératoire :

L'appareil est constitué par un ballon de 500 ml, surmonté d'un réfrigérant de Grignard. Au haut du réfrigérant, est adapté un tube de garde à chlorure de calcium, suivi d'un absorbeur à soude, destiné à éliminer le gaz chlorydrique qui se dégage.

Dans le ballon, on mélange le benzène, le chlorure benzoyle et le sulfure de carbone par le tube "A" du réfrigérant, on introduit le chlorure d'aluminium pulvérisé, par petites quantités (en 10 mm), on tient "A" bouché, entre chaque addition.

Le poids du benzène ajouté est 10 fois supérieur à celui qui est nécessaire avec le chlorure de bennoyle (soit $85,72 \text{ g} \times 10 = 857,2 \text{ g}$ de benzène pour 154,4 g de Benzoyle). On chauffe ensuite à reflux pendant 2 heures et, le gaz HCl est dissout dans l'absorbeur à soude. Quand le dégagement gazeux cesse, on refroidit le ballon.

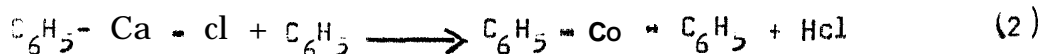
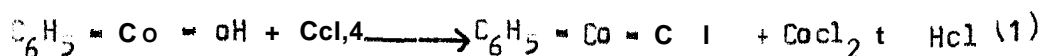
A l'aide d'un bain-marie chauffé électriquement, on distille avec précaution la sulfure de carbone très inflammable, à 46°.

On refroidit le ballon dans de la glace, puis l'on y verse 200 ml d'eau acidulée par 10 ml d'acide chlorhydrique ; il. se forme deux couches : la couche supérieure est extraite deux fois par 100 ml d'éther, Cette solution étherée est lavée par de l'eau sodique puis transvasée dans un ballon 4 distiller sous pression réduite. A l'aide de ce ballon Vigreux, sous pression normale, on distille l'éther, ensuite, la benzophénone est rectifiée sous pression réduite, à 170° sous 15 mm.

Si le produit obtenu est coloré, il est dissout dans l'alcool bouillant additionnée de carbon actif. On filtre à chaud. La benzophénone incolore cristallise par refroidissement. Elle fond à 48°.

II - CALCUL DU POIDS DES CORPS EMPLOYES POUR AVOIR 200 G DE BENZOPHÉNONE

Reprenons les équations (1) et (2)



Calculons les quantités des produits divers :

$$\text{- Tétrachlorure de carbone : } \frac{153,8 \text{ g} \times 200}{182} = 169,011 \text{ g}$$

$$\text{- Acide Benzoïque : } \frac{122 \text{ g} \times 200}{182} = 134,066 \text{ g}$$

$$\text{- Chlorure de Benzoyle : } \frac{140,5 \text{ g} \times 200}{182} \approx 154,4 \text{ g}$$

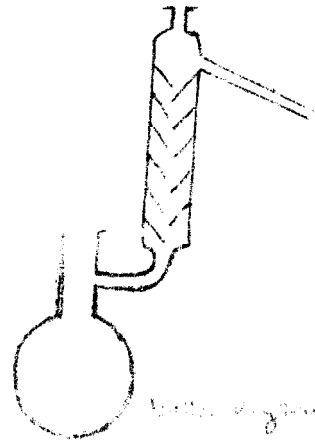
$$\text{- Benzène : } \frac{78 \times 200 \times (10)}{182} = 857,2 \text{ g}$$

Handwritten text at the top of the page, possibly a title or reference.



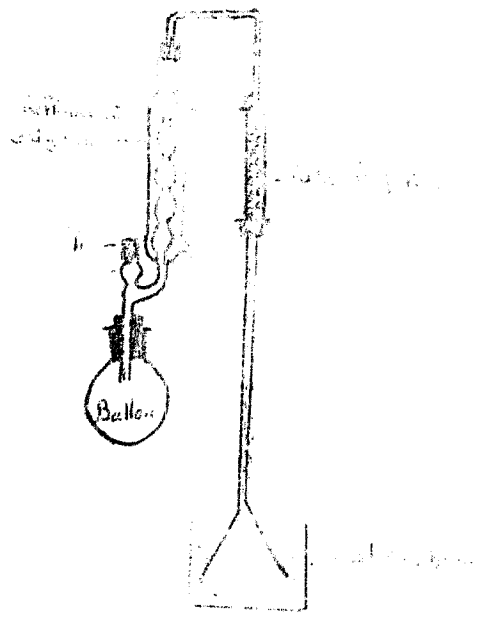
Handwritten text below the rectangular box diagram.

(1-2)



Handwritten text describing the flask and tube assembly.

(2-2)



Handwritten text at the bottom of the diagram, possibly a caption or reference.

(3-2)

3) - STOCKAGE DES PRODUITS CHIMIQUES, ORGANIQUES ET MINÉRAUX DANS UN LABORATOIRE

De manière générale, un bon stockage correct et concis des produits de laboratoire revêt un caractère essentiel, dans la mesure où il permet au technicien de retrouver rapidement un produit donné : ceci influe beaucoup sur le temps d'exécution du travail à faire,

Ces produits chimiques sont rangés dans des placards numérotés et comportant plusieurs étagères. L'ensemble des placards est divisé en deux :

- une partie contenant les produits minéraux ;
- une deuxième Partie pour les produits organiques.

a) Rangement des produits chimiques minéraux

La cation métallique d'un produit chimique, déterminant l'appartenance de celui-ci dans un groupe donné, chaque placard devra contenir un des sept groupes, dans un premier temps.

Ex : placard n° I, reçoit le premier groupe, suivant l'ordre alphabétique des cations : Argent - Mercure (sels mercureux) et plomb.

placard n° II reçoit le 2ème groupe : Arsenic (arsénites et arséniates) ; Antimoine ; Etain (sels stanneux et stanniques) ;

placard n° III : 3ème groupe - Bismuth ; Cadmium ; Cuivre ; Mercure (sel mercurique) ;

placard n° IV : 4ème groupe - Aluminium ; Chrome - fer (sel ferreux et ferrique) ;

placard n° V : 5ème groupe - Cobalt ; Manganèse ; Nickel ; Zinc ;

placard n° VI : 6ème groupe - Baryum ; Calcium ; Strontium ;

placard n° VII : 7ème groupe - Ammonium ; Magnésium ; Potassium ; Sodium.

Dans un second temps, chaque cation occupe une étagère numérotée suivant cet ordre : 1, 2, 3, 4, 5, 6 etc...) en partant du haut vers le bas.

Ex : Argent - Etagère n° 1 ; Mercure étagère n° 2 et plomb-étagère n° 3 (placard n° I).

Dans un troisième temps : L'anion caractérisant le produit chimique, on le fait intervenir au niveau du rangement des étagères, en lui attribuant une lettre alphabétique (Majuscule), pour mettre en évidence l'appartenance de celui-ci, à l'une des classes suivantes :

Ex : Classe des dérivés halogénés : A ⁽¹⁾ (Chlorures, ⁽²⁾ Bromures, ⁽³⁾ iodures, ⁽⁴⁾ Fluorures

⁽⁵⁾ Hypochlorites)

" " " du soufre : B ⁽¹⁾ (sulfates, ⁽²⁾ sulfures, ⁽³⁾ sulfites, ⁽⁴⁾ Thiosulfates)

" " " de l'azote : C ⁽¹⁾ (Nitrates, ⁽²⁾ Nitrites)

" " " divers : D ⁽¹⁾ ⁽²⁾ ⁽³⁾ ⁽⁴⁾ ⁽⁵⁾

Quatrième temps : Pour identifier un produit (à savoir si c'est un chlorure ou sulfate), à l'intérieur de ces classes, on fera suivre la lettre représentant la classe, d'un petit chiffre, comme exposant, pour indiquer le rang.

Ex : A⁽⁴⁾ : représente les fluorures de la classe A,

Ce qui est, ainsi établi, est résumé par le tableau suivant, en rangeant comme exple. le Nitrate de Sodium ; chlorure d'argent ;

Produit	N° Placard	N° Etagère	Identification		Notation	Observation
			Classe	Rang		
NaNO ₃	VII	4	c	1	C ⁽¹⁾	7 ^e groupe
AgCl	I	1	A	1	A ⁽¹⁾	1 ^e groupe
AgNO ₂	I	1	C	2	C ⁽²⁾	1 ^e groupe

Les acides minéraux, usuels seront stockés au bas des étagères, suivant également leur ordre alphabétique et la même manière que celle utilisée en haut ; d'où donc dans les mêmes placards.

Placard n° VIII. Ce dernier reçoit les produits divers, par ordre alphabétique :

Exemple : - Acide sulfurique déshydratant ;
 - Actigel ;
 - Alliage de Déwarda ;
 - Catalyseurs ;
 - Charbon actif ;
 - Graisses diverses (pour rodage),

b) Rangement des produits organiques

L'ensemble de ces produits est divisé en séries, correspondant chacune à un placard marqué de la série, à l'aide d'une étiquette, Elles sont représentées par les lettres de l'alphabet : A, B, C, D, E... etc.,

Lorsqu'une série (qui est un ensemble) comprend des sous-ensembles, il suffira de lui adjoindre un chiffre en indice pour identifier ce dernier
 Ex. Série B peut être composée de B₁, B₂ et B₃.

Au niveau des étagères, leur rangement se fera par leur ordre également alphabétique. Ainsi, les produits organiques sont répartis de la manière suivante :

• Placard n° I - Série A : comprend les produits organiques sucrés

Ex Galactose

D⁺ - Glucose

D - Mannite

Lactose

Maltose

Saccharose

- placard n° II - Série B : comprend les phénols

Ex phénol

P. nitrophénol

O. "

M. "

Dinitrophénol

Naphtol

Résorcine

Thymol

- Placard n° III - Série C : comprend les Aldéhydes

Ex Acétaldéhyde

Aldéhyde Benzoïque

Aldéhyde Salicylique

Formol

- Placard n° IV - Série D : comprend les solvants organiques qui se subdivisent en sous-groupes ,

1) D₍₁₎ - Ethers - esters

Ex Acétate d'Éthyle

" de Méthyle

Benzoate d'Éthyle

Ether sulfurique

2) D₍₂₎ - Solvants organiques

Ex Acéthyle Bromure

" Chlorure

Bromoforme

Benzène

Carbone Tétrachlorure

Dioxane

Ether de pétrole

Toluène

Xylène

3) D₍₃₎ - Les Alcools

Ex Anthrone

Alcool Amylique

- " Isoamylique
- " Benzylrique
- " Butanol
- " Ethanol 90° - 95°
- " Méthanol
- " Propanol

4) D₍₄₎ - Les cétones

Ex Acétone

- Méthyl isobutylcétons
- " benzylcétone

- Placard V - Série E : comprend les Amines et produits associés (aminés et amidés)

Ex Aniline

- Benzidine
- Chloramine
- Ethanolamine
- Naphtylamine
- Sulfanilamide

- Placard n° VI - Série F : comprend les Acides organiques et dérivés proches . Aminoacidas

1) F₍₁₎ - Les Acides organiques

Ex Acide Ascorbique

- " Benzoïque
- " Citrique
- " Oxalique
- " Picrique
- " Phtalique
- " Salycique

2) F₍₂₎ - Dérivés proches - Aminoacidss

Ex Acide Ethyline diamine Tétracétique (EDTA)

- " Amino 1 Naphtal 2 Sulfonique
- " Amino sulfonique
- " Thioglycalique

- Placard n° VII - Série G : comprend les produits organiques divers et
indicateurs colorés :

Ex :

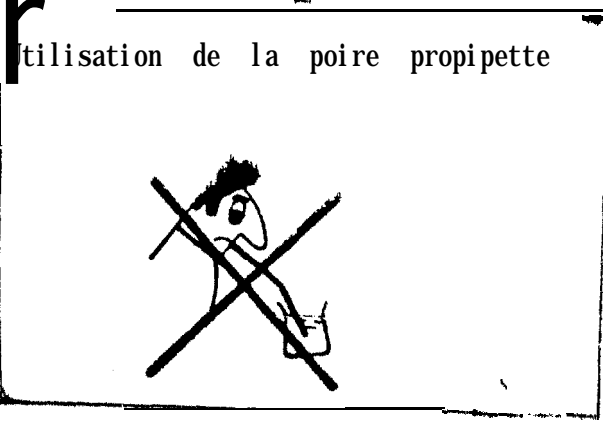
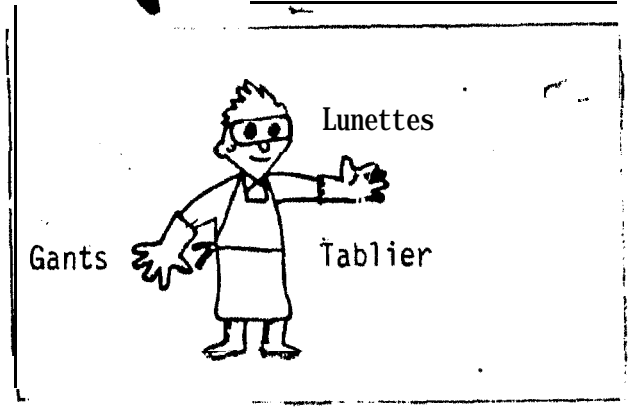
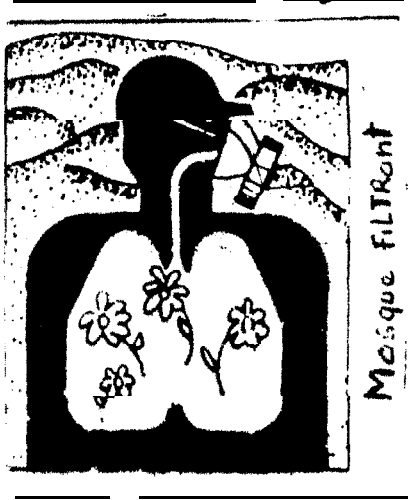
Al izarine
Bleu de Méthylène
Benzoïnoxime
Crysoïdine
Gomme sénégal
Grains de Ponce
Hydroquinone

A chaque fois que nous avons fini d'utiliser un produit pour le travail du Labo, nous devons le remettre à sa place, pour éviter le désordre. Périodiquement, nous devons également vérifier notre stockage, et éventuellement changer tous les produits finis. De là, notre travail en sera facilité.

Remarque : Tous les produits inflammables doivent occuper les étagères du bas et 18 plancher pour éviter un grand choc quand une bouteille se renverse. (Risque de production d'étincelles, également). Il ne bonne aération de la salle des produits et un dépoussiérage périodique de 8 placards, sont aussi nécessaires.



60



4 - MESURES DE SECURITE A PRENDRE DANS LE LABORATOIRE

La ~~traitement~~ des solvants organiques tels que l'alcool éthylique, le benzène, l'éther, l'acétone, le tétrachlorure de carbone et la benzophénone, nécessitant l'emploi des halogènes et dérivés, et divers produits minéraux, nous impose l'obligation d'observer certaines règles de sécurité, pour supprimer tout accident pouvant découler de leur manipulation et de leur stockage, à savoir : leur toxicité, leur inflammabilité et les accidents corporels auxquels on se heurte si sauvant .

4.I - Toxicité des produits

On dit qu'un produit est toxique lorsqu'il présente un danger si on le respire, si on la boit, s'il provoque des lésions de la peau ou des yeux.

a) Tableau des principaux produits dangereux en usage dans le laboratoire (à titre d'exemple)

Produits	Inflammables/	Toxiques			
		Inhalation	Absorption	Yeux	Peau
Hydrocarbures	*	*	*		
Hydrogène	*				
Dichloroéthane	*	*	a'	*	*
Acétone	*	*	*	*	
Alcool éthylique	*		*	*	
Acides		*	*	*	*
Ammoniac		*	*	*	*
Chlore		*		*	*
Oxyde de carbone		*			
Bases			*	*	*
Benzène	*	*	*	*	
Poussières		*		*	
Tétrachlorure de carbone		*		*	*

b) Inhalation par voies respiratoires

De gaz (comme l'oxyde de carbone, l'oxychlorure de carbone, l'ammoniac... etc., .), de vapeurs (alcool éthylique, Benzène) et de poussières (poussières de plomb, d'amiante), sont d'autant plus dangereux que certains ne sentent rien. Ex : l'oxyde de carbone.

On neutralise la toxicité de ces gaz, vapeurs et poussières par une bonne ventilation du Labo, en travaillant sous hotte (si possible), par le port d'appareils filtrants appropriés devant permettre au manipulateur de respirer directement dans l'atmosphère polluée, les produits qui s'y contiennent étant arrêtés ou neutralisés par le contenu du récipient filtrant (cartouche ou bidon) à travers lequel, passe obligatoirement l'air inspiré. Au masque, sont également adaptées des lunettes avec protecteur antibuée.

c) Contact avec la peau

La projection des solutions acides ou basiques, la manipulation de toxiques volatils qui peuvent pénétrer d'autant plus facilement dans la peau qu'ils sont plus solubles dans les lipides, sont vésicants, irritant et parfois, attaquent en profondeur les tissus de la peau. L'on ne saurait donc prendre trop de précautions pour prévenir ces intoxications graves, par le port de vêtements spéciaux (tablier, blouse), de gants, et de s'enduire de vaseline les mains, les muqueuses nasales.

d) Absorption par la bouche

Le pipetage (ou siphonnage) des produits acides, basiques et des solvants, est également sources d'intoxication, Pour s'en défaire, il est préférable d'utiliser la poire propipette.

II - RISQUES D'INCENDIE

Dans ce laboratoire où l'on traite principalement de solvants organiques, les risques d'incendie sont très élevés, notamment avec l'emploi de l'éther et du sulfure de carbone, Pour enrayer toute possibilité d'incendie, nous devons manipuler avec beaucoup de précautions, Éviter les chocs des récipients, les étincelles électriques s'abstenir de fumer, une fois arrivés au lieu de travail, Éviter les surpressions et les surchauffages dans les ballons et colonnes à distiller (risque d'explosion) ; il faut faire usage de bain-marie ou chauffe-ballon électrique avec régulateur, pour les distillations,

III - ACCIDENTS CORPORELS

Ils résultent presque toujours de l'imprudence et de l'inobservation des règles élémentaires de sécurité.

Pour s'en défaire, on doit porter des gants adéquats pour la manipulation de récipients ou d'instruments portés à des températures supérieures à 70°C ou inférieures à -10°C, éviter la casse de la verrerie, de brûler sur du matériel à la trainée ; il faut surtout porter en permanence, des lunettes de sécurité.

IV - REMARQUES

"Il vaut mieux prévenir que guérir". Cette maxime est la résultante de tous les efforts, toutes les études sur les Mesures de protection, de prévention des accidents, tant bien collectives qu'individuelles des travailleurs. Sa mise en application vise aussi bien le milieu du travail, l'équipement du travailleur, que le travailleur lui-même.

a) Mesures propres i-ru milieu du travail

Recherche systématique des causes toxiques et les supprimer ; élimination des poussières et vapeurs toxiques, avant leur contact avec les travailleurs par des équipements appropriés ; nettoyer proprement la sol et les paillasses ; évacuer au fur et à mesure de leur production, les poussières, les gaz toxiques, au dehors, par des ventilateurs, des hottes et des bouches d'aération.

b) Equipement du travailleur

Attribuer des vêtements spéciaux au travailleurs tout en leur signifiant la nécessité de les porter ; leur remettre aussi des lunettes, gants, masques contre les poussières, gaz et vapeurs toxiques tout en s'assurant de leur entretien.

c) Recommandations aux travailleurs

Le travailleur doit être éduqué (par des conférences, affiches dans le labo et des brochures) de façon à ce qu'il se rende compte des risques du métier et de la nécessité de se protéger.

Avant d'entamer un travail sur un produit donné, le manipulateur doit consulter d'abord le marquage codifié de l'emballage de celui-ci et, prendre éventuellement toutes les dispositions préventives propres à ce produit. A la fin de son travail, il doit se laver les mains, se brosser les ongles, se laver les narines et se gargariser.

U

V

Codification des Emballages

1



Matière explosive



Matière inflammable



Matière comburante ou Peroxyde organique



Matière corrosive



Matière toxique



Matière radioactive

C O N C L U S I O N

Comment s'y prend-on ? demander3 toujours le technicien désireux de préparer des produits en y économisant son capital le plus précieux : son temps, La réponse est fournie par la pratique de ces séries de manipulations que nous venons de faire et qui sont une excellente initiation à la recherche et aux techniques de Laboratoire, Grâce également à cette pratique, nous avons pu contrôler notre travail, la sureté de notre technique, Nous avons aussi été à même de constater et d'acquérir les qualités de soin, de précision et de méthode qui s'en réclament.

A cette nécessité primordiale de pratiquer pour connaître l'es-Frit et les méthodes de laboratoire, s'a joute également celle de protection des techniciens, dans un environnement exempt de toute pollution, Faudrait-il donc, qu'il soit mis à sa disposition des moyens de protection et qu'il sache, au moins, en cas d'accident, exercer les premiers soins, avant l'arrivée du Médecin.. .

L'expérience ne s'acquérant que par la pratique, il faudrait qu'il soit possible au technicien d'accéder à l'industrie ou laboratoires spécialisés, par biais de stages.

"Je certifie sur l'honneur avoir
réalisé le présent travail par mes
propres moyens".
