

SÉCURITÉ, APPAREILS de MESURE et PRÉCISION au LABORATOIRE de CHIMIE

I) CONSIGNES de SÉCURITÉ

1) Les interdits :

- Fumer, boire, manger.
- manipuler des produits chimiques directement avec les doigts ou les goûter.
- Pipeter avec la bouche : cette opération doit être réalisée avec des poires aspirantes, pipeteur...
- Porter des vêtements inadaptés (flottants ou inflammables).
- Regarder de près les récipients contenant des liquides en ébullition.
- Transvaser des liquides en ayant le visage à proximité ou au-dessus des récipients manipulés.
- Respirer le contenu d'un récipient pour l'identifier par son odeur.

2) Les obligations :

- Blouse en coton ;
- Cheveux longs attachés.
- **Gants et lunettes de sécurité** sous hotte pour manipuler les produits corrosifs (acides et bases forts, ...).
- Port de bas ou collants en nylon interdit.
- Port de lentilles de vue interdit.

3) Les recommandations :








- Avoir une attitude réfléchie consciente des risques potentiels et des mesures adéquates à prendre, c'est à dire, travailler avec soin et méthode.
- Laisser les passages libres entre les paillasse, mettez vos blousons, manteaux, casques, sacs, etc. au vestiaire et rangez les tabourets sous les paillasse quand vous ne les utilisez pas.
- Travailler en position stable.
- Se déplacer sans courir.
- Se laver les mains avant et **après** la manipulation.
- Nettoyer immédiatement tout produit, liquide ou solide, répandu sur la paillasse ou sur le sol.
- Ne jamais verser d'eau dans une solution d'acide concentré (risque de projection et brûlure).
- Les produits chimiques (solide ou liquide) contenus dans les flacons doivent rester purs ; ne jamais remettre dans un flacon un produit inutilisé et attention à ne pas polluer un solide en utilisant une spatule souillée.
- Certains produits chimiques, notamment les solutions concentrées de produits volatils tels que HCl, NH₃, ..., les solvants organiques devront être manipulés sous la hotte ventilée.
- Ne pas chauffer la verrerie ordinaire non Pyrex. Le verre pyrex est un verre de borosilicate ayant un coefficient de dilatation faible lui permettant d'être chauffé.
- A la fin du TP, **vider** tous les récipients, rincer et ranger la vaisselle, remplir les burettes d'eau déminéralisée, nettoyer le plan de travail, appeler l'enseignant pour contrôler.

II) MATÉRIEL de LABORATOIRE, APPAREILS de MESURE, UTILISATION

1) L'eau :

L'eau du robinet contient des anions (chlorure, carbonate, hydrogénocarbonate, etc), des cations (calcium, magnésium, sodium, etc), des gaz dissous (dioxyde de carbone, dioxyène...), des matières en suspension (sables,...), parfois des bactéries. Elle ne peut donc être utilisée pour la préparation des solutions aqueuses. On utilise toujours l'**eau déminéralisée ou permutée**. Cette eau est obtenue à partir d'eau du robinet qui est filtrée et passée dans des colonnes échangeuses d'ions qui permettent de se débarrasser des cations et des anions.

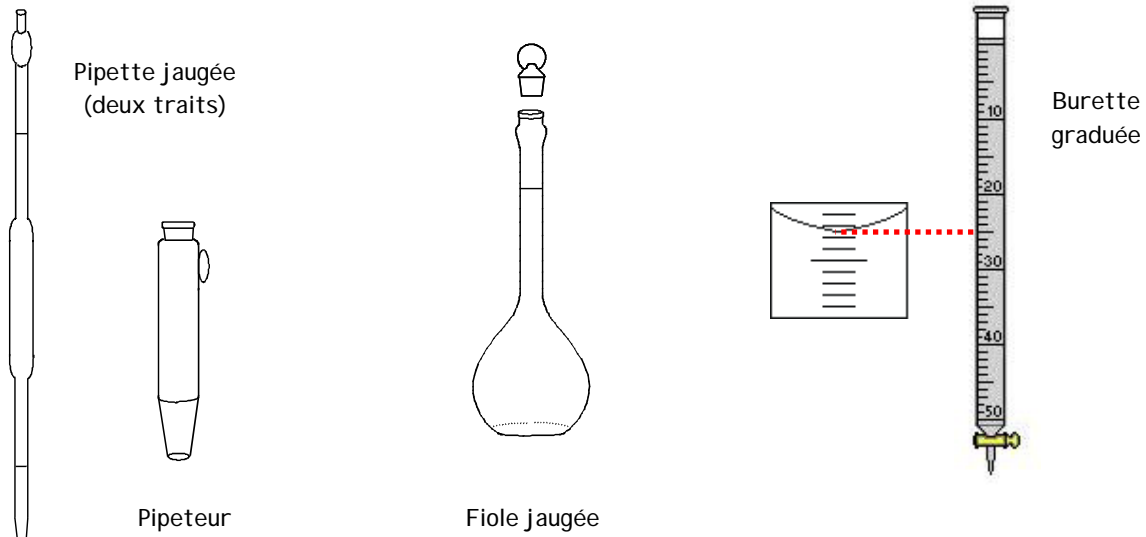
Symboles utilisés sur les étiquettes des produits chimiques

Signification	Symbole	Description des risques	Exemples
Toxique T Très Toxique T+		Produits qui, par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée en petites quantités, entraînent la mort ou des effets aigus ou chroniques.	Méthanol, benzène, phénol, naphthalène, Phosphore blanc, sulfure d'hydrogène, cyanure d'hydrogène à plus de 7%.
Nocif Xn Irritant Xi		Produits qui, par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée en petites quantités, entraînent la mort ou des effets aigus ou chroniques. Produits non corrosifs qui en cas de contact ou d'inhalation peuvent provoquer une irritation de la peau et des voies respiratoires, une inflammation des yeux.	Dichlorométhane, trichloréthylène, térébenthine, dichromate de potassium, eau de Javel diluée, ammoniacale entre 5 et 10 %.
Facilement inflammable F ; Extrêmement inflammable F+		Produits pouvant s'enflammer facilement en présence d'une source d'inflammation à température ambiante (< 21°C). Produits pouvant s'enflammer très facilement en présence d'une source d'inflammation même en dessous	Acétone, éthanol, eau écarlate, Acétylène, éther diéthylique, insecticides en bombe..
Comburant O		Produits pouvant favoriser ou activer la combustion d'une substance combustible. Au contact de matériaux d'emballage (papier, carton, bois) ou d'autres substances combustibles, ils peuvent provoquer un incendie.	Acide nitrique à 70 % et plus, peroxydes, oxydes de chrome VI, dés herbants (chlorate de soude).
Corrosif C		Produits pouvant exercer une action destructive sur les tissus vivants.	Acide chlorhydrique à 25 % et plus, acide phosphorique à plus de 25 %, eau de Javel concentrée, ammoniacale à plus de 10 %.
Explosif E		Ce sont des liquides ou des solides capables d'exploser sous l'action d'un choc, d'un frottement, d'une flamme ou de chaleur.	butane, propane dans un certain pourcentage de mélange avec l'air, TNT (trinitrotoluène).
Dangereux pour l'environnement N		Produits qui peuvent présenter un risque immédiat ou différé pour une ou plusieurs composantes de l'environnement (c.a.d. capables, par ex de causer des dommages à la faune, à la flore ou de provoquer une pollution des	Lindane (pesticide), tétrachlorure de carbone.

2) Matériel de laboratoire et utilisation :

➤ **Mesure de volumes nécessitant une grande précision :**

Certains volumes sont à mesurer de façon extrêmement précise. Pour cela, vous disposez en salle de TP d'une pipette et d'un pipeteur, d'une fiole jaugée ou d'une burette. Pour le matériel gradué (burette) ou comportant des traits de jauge (pipette ou fiole jaugée), la lecture du volume ou l'ajustement au trait correspond au point le plus bas du ménisque concave (figure ci-contre) dans le cas d'un liquide mouillant comme une solution aqueuse.



- Utilisation de la pipette jaugée :
 - ne jamais pipeter directement dans les flacons.
 - la rincer avec de l'eau déminéralisée puis avec la solution à mesurer.
 - pour l'aspiration et le refoulement, la pipette doit toujours être à la verticale.
 - la mise à niveau du trait se fait pointe à l'extérieur du liquide.
- Utilisation de la burette
 - A votre arrivée, elle contient de l'eau déminéralisée.
 - La rincer avec la solution à utiliser et la remplir au trait
 - Vérifier que la pointe de la burette ne contient pas de bulle d'air. Si elle en contient, éliminer là.
 - Lorsque la burette n'est plus utilisée, la rincer et la remplir d'eau déminéralisée.

➤ **Mesure de volumes ne nécessitant pas une grande précision:**



➤ **Mesure d'une masse, utilisation des balances**

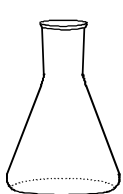
Une balance est un instrument de précision, fragile, qui doit être utilisée avec soin. Manipuler donc proprement et nettoyer toujours derrière vous. N'oubliez pas d'apporter avec vous, près de la balance, une feuille sur laquelle vous noterez immédiatement le résultat de votre pesée.

Vous disposez de deux types de balances électroniques :

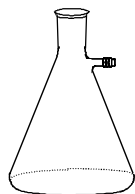
- balances de précision moyenne pour des pesées au cg ;
- balances dites analytiques pour des pesées au 1/10^{ème} de mg.

Pour la balance analytique, ne pas oublier de fermer les portes coulissantes lors de la tare et de la lecture de la masse.

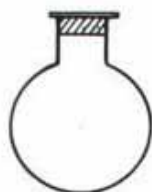
➤ Autre matériel de laboratoire :



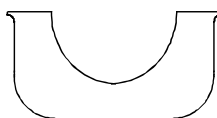
Erlenmeyer



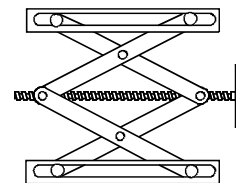
Fiole (à vide)



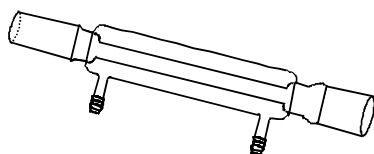
Ballon



Chauffe-ballon
(sans régulateur)



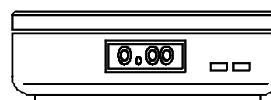
Support
élevateur



Réfrigérant



Entonnoir



Agitateur magnétique

III) PRÉCISION DU MATÉRIEL ET PURETÉ DES PRODUITS - INCERTITUDE

1) Notion d'incertitude sur une mesure, incertitudes absolue et relative

La valeur numérique d'une toute grandeur mesurée est toujours une approximation puisqu'elle dépend de la précision du matériel utilisée pour la mesure. L'incertitude sur le résultat d'une mesure doit donc être indiquée. On l'indique par la notation \pm .

- Exemple :

Pour une masse mesurée avec une balance au dixième de g près, on écrirait :

$$m = 476,2 (\pm 0,1) \text{ g}$$

où : $\Delta m = 0,1\text{g}$ est l'incertitude absolue (même unité que m).

$\frac{\Delta m}{m}$ est l'incertitude relative ; celle-ci est sans unité et est généralement exprimée en %.

2) Incertitudes absolues sur les pipettes et les jaugés :

Elles dépendent du volume et de la classe de la pipette ou du jaugé utilisé et sont généralement indiquées dessus. Quelques exemples sont donnés dans le tableau ci-après :

Matériel	Capacité (mL)	Incetitude absolue (mL)
Jaugés Classe A	500	0,25
	250	0,15
	200	0,15
	100	0,08
	50	0,06 ou 0,05
Pipettes Classe A	50	0,05
	20	0,03
	10	0,015
	5	0,010
Pipettes Classe B	25	0,06
	10	0,04

3) Incertitudes sur les appareils gradués (balance et burette) :

L'incertitude absolue sur chaque valeur lue est égale à une demi-graduation.

- Exemple :

- balance analytique (graduée au dixième de mg soit 10^{-4} g) : $\Delta m = 5 \cdot 10^{-5}$ g.

Cette erreur Δm est commise lors de la tare et lors de la lecture de m d'où : $\Delta m = 2 \times 5 \cdot 10^{-5} = 10^{-4}$ g.

- burette : les burettes n'ont pas toutes les mêmes graduations, ΔV dépend donc de la burette utilisée. Cette erreur ΔV est commise lors de la mise à zéro de la burette et lors de la lecture du volume d'où : $\Delta V_{\text{réel}} = 2 \times \Delta V$.

Ex : burette de 10 mL, graduée tous les 0.1 mL : $\Delta V_{\text{réel}} = 2 \times \Delta V = 2 \times (0.1/2) = 0.1$ mL.

4) Pureté des produits :

Un produit chimique n'est jamais parfaitement pur. Les fabricants de produits chimiques indiquent donc sur le flacon (en %) la pureté et les taux maximums de certaines impuretés. Dans ce cas, on associe à la masse molaire une incertitude liée à la pureté :

- Exemple :

Un produit dont la pureté est de 99,9% a une incertitude relative sur sa masse molaire de $\frac{\Delta M}{M} = \frac{0.1}{100}$

V) CALCULS D'INCERTITUDE et CHIFFRES SIGNIFICATIFS

1) Calculs d'incertitude : méthode de calcul

Beaucoup de grandeurs s'obtiennent par calcul à partir de mesures directes

- Cas d'une somme ou d'une différence:

Soit x la grandeur que l'on veut déterminer. Si $x = a \pm b$, alors l'incertitude de x dépend à la fois de celle de a et de celle de b . Les erreurs s'ajoutent, on obtient $\Delta x = \Delta a + \Delta b$

- Cas d'un produit ou d'un quotient:

Si $x = a \cdot b$ ou $x = \frac{a}{b}$, on prend le logarithme de l'expression, on dérive puis on assimile da et db à Δa et Δb . On obtient ainsi : $\ln x = \ln a \pm \ln b$.

En dérivant : $\frac{dx}{x} = \frac{da}{a} \pm \frac{db}{b}$ d'où : $\frac{\Delta x}{x} = \frac{\Delta a}{a} + \frac{\Delta b}{b}$. On prend également le cas le plus défavorable où toutes les erreurs s'ajoutent.

- Cas d'une expression plus complexe

Si l'expression permettant de calculer x fait intervenir des sommes (ou des différences) et des produits (ou des quotients), il faut déterminer l'expression de l'incertitude en employant la méthode donnée ci-dessus (valable seulement si a , b et c sont indépendants).

Prenons $x = \frac{a-b}{c}$. En prenant le logarithme, on obtient : $\ln x = \ln(a-b) - \ln c$. On dérive cette expression :

$$\frac{dx}{x} = \frac{d(a-b)}{a-b} - \frac{dc}{c} = \frac{da-db}{a-b} - \frac{dc}{c} \quad \text{d'où :} \quad \frac{\Delta x}{x} = \frac{\Delta a + \Delta b}{a-b} + \frac{\Delta c}{c}$$

2) Chiffres significatifs :

Quand on a déterminé expérimentalement la valeur d'une grandeur (concentration, volume,...), une question se pose : combien de chiffres après la virgule doit-on mettre quand on présente le résultat? Réponse : il faut en mettre autant que la grandeur comporte de chiffres significatifs. Mais qu'est ce qu'un chiffre significatif ?? Les chiffres significatifs d'une grandeur comprennent tous ces chiffres déterminés avec certitude ainsi que le premier chiffre sur lequel porte une incertitude.

Exemple : la longueur L d'une planche est de 507.3 mm. Si l'incertitude absolue sur la mesure (ΔL) est de +/- 2 mm alors :
- les chiffres certains sont le 5 et le 0
- le 1^{er} chiffre incertain est le 7

Il y a donc 3 chiffres significatifs : 5, 0 et 7. Le résultat doit donc comporter 3 chiffres significatifs et on notera : $L = 507$ mm.

