

# La « microchimie » : une nouvelle façon de penser dans l'enseignement de la chimie expérimentale

Nicolas Cheymol\*, Richard Emmanuel Eastes\*, Michaël Hoff\* professeurs agrégés

**Summary :** *A new way to practise experimental chemistry*

*This article introduces the concept of microscale chemistry. The microscale techniques sharply reduce the percentage of used products. The obvious lesson to be learned is never make more product than is required for subsequent work or characterization.*

*In consequence, the students can be introduced to techniques that might be too dangerous to attempt on the macroscale in an undergraduate laboratory.*

**Mots clés :** *Enseignement, microchimie, micromatériel, sécurité.*

**Key-words :** *Education, microscale, micromaterial, safety.*

Depuis quelques mois, nous avons organisé plusieurs journées d'information et de démonstration des techniques de la microchimie au département de chimie de l'École Normale Supérieure. Ces techniques ont suscité un vif intérêt de la part des participants, dont beaucoup ont manifesté la volonté de les introduire dans l'enseignement expérimental. La microchimie se développe actuellement partout dans le monde, en Asie, en Amérique du Sud, mais aussi en Europe, en Suisse et en Suède, et, à tous les niveaux, des lycées aux universités.

Le concept est cependant né aux États-Unis, où il s'est particulièrement bien développé durant les dix dernières années. Pour cette raison, c'est au National Microscale Chemistry Center (NMC<sup>2</sup>), situé près de Boston, sous la direction du professeur Mono Mohan Singh, que nous sommes allés récemment étudier plus en détail l'intérêt de ces techniques, et nous avons pu constater à cette occasion que des universités comme celle de Harvard ou comme le MIT avaient effectivement reconverti une partie de leurs installations d'enseignement en laboratoires de microchimie.

Il est intéressant de noter à quel point l'usage du micromatériel a su conquérir, jusqu'aux plus incrédules, dans tous les lieux où il a été expérimenté. De prime abord dédaignée par les puristes, parfois considérée comme une « nouvelle mode », et malgré quelques limites indéniables, la microchimie ne peut laisser indifférent. Les réserves tombent une à une devant la plus simple démonstration, et l'enthousiasme pour ce matériel qui tient dans une petite valise succède en général rapidement au scepticisme.

Dès lors, l'introduction de la microchimie dans l'enseignement français tend à s'imposer progressivement, et correspond sans nul doute à un réel besoin, en parfait accord avec les nouvelles orientations prises récemment par les programmes des enseignements secondaire et supérieur.

## Définition, principe et objectifs

On regroupe sous la dénomination de « microchimie » un ensemble

de nouvelles techniques expérimentales, dont le concept révolutionne véritablement l'approche pratique de la chimie, grâce aux multiples avantages dont il bénéficie par rapport aux techniques traditionnelles, et grâce à une étonnante facilité de mise en œuvre.

Le principe de la microchimie est simple : il consiste à réduire l'échelle des manipulations usuelles par un facteur variant de 10 à 100 (synthèses organiques, organométalliques et minérales, chimie générale et analytique). Cela a pour effet de minimiser à la fois les dangers liés à l'utilisation des pro-

\* École Normale Supérieure, Département de chimie, 24, rue Lhomond, 75005 Paris.  
E-mail : cheymol@roxane.ens.fr

duits chimiques, la production de polluants et leur rejet dans l'environnement, ainsi que l'ensemble des coûts relatifs à la mise en œuvre des séances de travaux pratiques dans les laboratoires d'enseignement des lycées et de l'enseignement supérieur (achat et stockage de réactifs chimiques, de solvants et de verrerie, retraitement des déchets).

Ces techniques présentent par conséquent un intérêt pédagogique formidable, car elles permettent d'aborder des réactions qui n'étaient pas envisageables jusqu'à présent, aussi bien pour des problèmes de sécurité que pour des raisons financières. En outre, alors qu'elles sensibilisent les élèves à la nécessité de protéger leur environnement, elles simplifient la mise en œuvre des manipulations les plus complexes, tout en initiant les étudiants à une certaine exigence de soin et de minutie, imposée par l'utilisation de micromatériel. A ce titre, elles sont à l'origine d'une nouvelle façon de considérer la chimie expérimentale.

## Un avènement inéluctable

En 1909, le Dr Friedrich Emich, auteur notamment de travaux sur la strychnine, écrivait : « *L'un des avantages les plus importants des microtechniques est la possibilité d'effectuer des expériences potentiellement dangereuses à une échelle qui permet d'éviter les désagréments, tout en repérant les étapes qui nécessiteront le plus de précautions lorsqu'il s'agira de les réaliser à plus grande échelle* ». A cette époque, les « microtechniques » mettaient en œuvre des quantités de réactifs de 100 mg à 1 g, alors que l'échelle habituelle consistait à utiliser des quantités de l'ordre de plusieurs grammes ; l'habitude de manipuler à si grande échelle se perpétua ensuite jusque dans les années 70.

Depuis, en dehors des synthèses préparatives, les quantités de produits chimiques utilisées en recherche comme en enseignement n'ont cessé de diminuer, pour atteindre un seuil imposé par la taille des instruments traditionnels (100 mg à 1 g en moyenne pour une synthèse. Dans la suite de l'article, nous qualifierons ce seuil de « moyenne échelle »). Aujourd'hui, l'attention croissante portée aux problèmes de sécu-

rité et les interrogations liées à l'impact des émanations des laboratoires (vapeurs et déchets condensés) sur la santé et l'environnement incitent à tenter de réduire au maximum la production de substances potentiellement dangereuses, ainsi que l'exposition des élèves et des chercheurs à ces substances.

Les progrès effectués dans des domaines comme la chimie organométallique rendent le problème encore plus crucial, dans la mesure où l'introduction dans l'enseignement de réactifs pouvant présenter des toxicités ou des coûts élevés, tels que les composés de coordination des métaux de transition, devient peu à peu nécessaire pour illustrer les avancées majeures de la chimie.

Enfin, afin de permettre aux lycées de respecter les exigences de nouveaux programmes de plus en plus orientés vers l'enseignement pratique, il est indispensable de mettre en œuvre toutes les méthodes susceptibles d'entraîner la réduction des achats de matériel et de produits chimiques, et par suite la réduction des coûts liés au retraitement des déchets.

Ces quelques réflexions conduisent tout naturellement à tenter de travailler à la plus petite échelle possible. La microchimie semble alors s'imposer d'elle-même, dans la mesure où elle permet de diviser par 10 à 100 les quantités de réactifs utilisés à moyenne échelle, grâce à une miniaturisation ingénieuse de l'ensemble des instruments fondamentaux utilisés en chimie expérimentale.

## La microchimie : « chimie-dînette » ou chimie réelle ?

Plusieurs interrogations viennent immédiatement à l'esprit, et toutes ont trait à la pertinence du concept : la

microchimie est-elle encore (vraiment) de la chimie ? En d'autres termes, il est indispensable de s'assurer qu'une expérience de microchimie, outre les avantages qu'elle présente et que nous détaillerons plus loin, permet à un élève d'apprendre autant que lors de la même expérience effectuée de manière « classique ». En effet, on est en droit de se demander si quelque chose n'est pas perdu lors d'une telle miniaturisation de l'expérimentation. En fait, nous pensons résolument que la réponse est non ; et, comme nous le verrons plus loin, il semblerait au contraire que la microchimie renferme une richesse pédagogique aussi large qu'inattendue.

En premier lieu, les techniques d'analyses physico-chimiques modernes permettent désormais de caractériser complètement une substance avec seulement 1 à 50 mg de produit isolé : mesures de la température de fusion ou d'ébullition, spectroscopies infrarouge et UV-visible, mesures de susceptibilités magnétiques, spectroscopies de résonance magnétique nucléaire ou d'absorption atomique sont en effet déjà des microtechniques, et plusieurs d'entre elles sont non destructives. Le *tableau I* indique les quantités de produits nécessaires à la réalisation des méthodes d'analyses les plus courantes.

Nul besoin donc, en travaux pratiques, d'exposer chaque binôme à la manipulation périlleuse de 200 mL d'éther diéthylique lors d'une synthèse conçue pour obtenir 5 grammes de produit, s'il est possible de la réaliser à partir de quelques dizaines ou centaines de milligrammes de réactifs, et moins de 5 mL d'éther ! On évitera ainsi les coûts superflus, les risques liés à l'emploi de substances dangereuses et le problème du traitement des déchets produits, sans qu'aucun des aspects pédagogiques de l'expérience ne soit négligé.

**Tableau I** - Quantités de produits nécessaires en fonction de la technique d'analyse employée.

Technique d'analyse	Quantité de produits nécessaire
Spectroscopie UV-visible	1 µg à 1 mg
Spectroscopie infrarouge	1 à 10 mg
Polarimétrie	1 à 10 mg
RMN du proton	10 à 50 mg
Spectrométrie de masse	1 à 10 ng
Point de fusion (banc Köfler)	40 mg

En outre, une observation attentive du matériel permet de constater que toutes les techniques de synthèse, d'extraction, de purification et d'analyse, sont accessibles par la microchimie. Celles-ci s'appliquent aussi bien à la chimie générale (microélectrolyses [1], photochimie, densimétrie, ébulliométrie, mesures de constantes thermodynamiques et cinétiques...), qu'à la chimie analytique (microdosages [2], chromatographies ionique, d'exclusion, d'affinité [3]...), ou aux réactions de synthèse (synthèses organiques et organométalliques, élaboration de molécules et de sels inorganiques). C'est indéniablement dans ces derniers domaines qu'elles offrent le plus de possibilités (techniques de chauffage et de reflux, techniques de travail sous atmosphère anhydre ou inerte, microfiltrations, extractions, techniques d'évaporation, microdistillations, entraînements à la vapeur, microrecristallisations, sublimations...). Et dans la mesure où les seules vraies différences avec les mêmes techniques utilisées à l'échelle « macro » sont leur considérable facilité de mise en œuvre et leur remarquable sûreté, la qualité de l'enseignement reste encore une fois parfaitement intacte.

## Les apports de la microchimie à l'enseignement

Le succès des techniques de microchimie tient à plusieurs avantages, dont certains ont déjà été évoqués. Ils se divisent en quatre catégories :

### La protection de l'environnement

Dans un laboratoire d'enseignement comme dans une unité de recherche, la division par 10 à 100 des quantités de solvants et de réactifs chimiques réduit d'autant la pollution de l'eau et de l'air après les opérations de vidange ou d'incinération des déchets. Ce point est fondamental pour certains types de composés comme les sels de métaux lourds ou les dérivés halogénés [4].

Il faut noter, en outre, que la réduction des quantités de produits utilisés en travaux pratiques permet dans bien des cas de recycler simplement déchets et solvants usés, plutôt que de les incinérer.

En effet, après une séance de travail durant laquelle 10 binômes utilisent chacun 200 mL de solvant comme c'est souvent le cas, la quantité de solvant à traiter est de 2 L. Peu d'enseignants ont dans ce cas la possibilité d'entreprendre une distillation fractionnée, manipulation qui pourrait s'avérer dangereuse sur un tel volume, et les deux litres de solvant finissent au mieux dans une « poubelle à solvants », avant d'être transportés puis incinérés.

Songeons maintenant à la quantité de solvant souillé issue de la même séance de travail, au cours de laquelle la manipulation aurait cette fois été convertie en expérience de microchimie. Typiquement, pour une synthèse organique usuelle par exemple, 2 à 5 mL de solvant sont nécessaires pour la réaction, et à peu près autant pour l'extraction et la purification. En considérant que chaque binôme utilise de 5 à 10 mL d'éther en tout et pour tout, la quantité totale produite est de 50 à 100 mL ! Quoi de plus simple alors que de recycler ce solvant à l'aide d'un dispositif de distillation placé à demeure dans un coin du laboratoire sous une hotte ventilée (avec la surveillance habituelle), et réservé à cet usage ?

Non seulement la quantité de solvant utilisée a été divisée par 20 à 40, mais, de plus, cette réduction en a permis le recyclage partiel, ce qui constitue un succès supplémentaire dans la protection de l'environnement.

### Le renforcement de la sécurité [5]

Il s'agit sans aucun doute du principal avantage pratique que présente la microchimie, et il revêt plusieurs aspects.

Le plus immédiat est lié à la réduction du contact de l'expérimentateur avec les produits chimiques, qu'il s'agisse de composés corrosifs et irritants (acides, bases, lacrymogènes), voire toxiques ou nocifs (organométalliques, solvants chlorés, aromatiques, alcènes, composés soufrés). Cet avantage peut être exploité de deux manières différentes : de prime abord, il assure un accroissement de la sécurité pour les manipulations classiques, et trouve son intérêt essentiellement dans l'enseignement secondaire ; en second lieu, un aspect plus intéressant pour l'enseignement supérieur consiste à tirer parti de

la réduction des risques qu'entraîne l'utilisation de microquantités, pour élaborer des expériences qui mettent en jeu des composés dont le danger potentiel rend rédhitoire l'utilisation courante dans les expériences de type « macro ».

De même, la miniaturisation des expériences entraîne une forte diminution des risques d'incendies ou d'explosions, aussi bien dans les fioles de réaction (1 à 10 mL) que dans les « poubelles à solvants », remplacées par des récipients de faible contenance.

Plus spécifiquement, le remplacement des traditionnels bains d'eau ou d'huile et des chauffe-ballons - techniques dangereuses et peu commodes - par de petits bains de sable très faciles à fabriquer, est à l'origine d'un gain de sécurité considérable. Ce point est développé plus loin, dans le paragraphe intitulé « Conversion d'un laboratoire classique en laboratoire semi-micro ».

Enfin, le stockage des solvants, propres ou souillés, prend lui aussi une toute autre dimension, puisqu'il n'est plus nécessaire de conserver des litres de composés inflammables dans des armoires souvent mal protégées des sources d'ignition, ni d'entreposer en des lieux inadéquats des bidons de 10 litres de solvants usagés en attendant l'arrivée du transporteur. Un litre de solvant suffit en effet pour réaliser 10 à 20 séances de travaux pratiques, et une bouteille de chaque type de solvant usuel suffit en général au fonctionnement annuel d'un laboratoire d'enseignement équipé en micromatériel.

### La diminution des coûts

La réduction des coûts relatifs à l'achat des réactifs et des solvants ainsi qu'au retraitement des déchets a déjà été évoquée, et tous les aspects présentés plus haut en matière de protection de l'environnement ont également des répercussions favorables sur les budgets. Les économies doivent bien entendu être comparées aux frais que représente l'équipement d'un laboratoire en micromatériel ; nous verrons plus loin combien coûte une telle reconversion, complète ou partielle, mais nous pouvons d'ores et déjà mentionner que **le prix d'achat d'un « kit » de microchimie de base ne dépasse pas**

**1 200 francs** [6], celui-ci comprenant tout le matériel nécessaire à la réalisation d'expériences en chimie inorganique et organique (matériel de synthèse, de séparation et de purification). Mais d'autres économies peuvent encore être réalisées dans plusieurs domaines.

En premier lieu, qui a un jour ouvert une mallette de micromatériel aura pu constater l'absence de fragilité de la verrerie, qu'il s'agisse des fioles ou des accessoires. En effet, leur petite taille et leur épaisseur relativement élevée autorisent des traitements que la verrerie classique (ballons, appareils de distillation...) ne supporte pas. De plus, tous les éléments sont rodés et s'assemblent grâce à des bagues de serrage filetées munies de joints qui dispensent de l'utilisation de graisse. Les montages gagnent ainsi en solidité et se désarticulent moins facilement.

En second lieu, signalons encore que si, comme cela a été évoqué plus haut, l'emploi de microquantités permet l'utilisation sans risque de produits potentiellement dangereux, la microchimie rend également possible la réalisation de réactions à base de composés coûteux comme les métaux de transition (platine, palladium, rhodium, rhénium...) ou les substances organiques optiquement pures. Cela a pour conséquence un nouvel accroissement de l'éventail et de l'intérêt des manipulations envisageables.

### L'intérêt pédagogique

Il a été montré plus haut que la crainte de voir la microchimie dénaturer l'expérimentation chimique n'était pas justifiée. Il se trouve que, en outre, plusieurs aspects en rendent la pratique enrichissante d'un point de vue pédagogique.

Le micromatériel introduit d'importantes simplifications dans l'emploi des techniques courantes, grâce à la fois à une meilleure maniabilité et à une conception plus ingénieuse des instruments. La simplification des gestes à effectuer lors d'une expérience permet alors aux élèves de se concentrer davantage sur l'essentiel, c'est-à-dire sur la problématique de la manipulation, la compréhension du mode opératoire, l'observation attentive des phénomènes mis en jeu à toutes les étapes de

la manipulation, et l'interprétation des résultats.

Cette simplicité, conjuguée à la réduction des odeurs et à un aspect ludique indéniable, contribue à procurer à la chimie expérimentale une image attrayante auprès des étudiants, ce qui constitue un progrès pédagogique manifeste.

D'autre part, confrontés à un matériel qui nécessite plus de minutie que le matériel « macro », les élèves prennent rapidement conscience de l'importance de maîtriser tout risque de perte de produit et toute source d'incertitude de mesure. Dans le cas contraire, le rendement de leur synthèse peut très vite chuter de plus de 50 %, et l'erreur relative sur le résultat de leur dosage atteindre 20 %. Par suite, il a été observé qu'ils devenaient beaucoup plus soigneux dans toutes leurs manipulations, qu'il s'agisse d'expériences de micro- ou de macrochimie.

En ce qui concerne la nature des expériences, la microchimie permet encore d'améliorer la qualité des sujets de travaux pratiques pour essentiellement deux raisons. La première a déjà été évoquée : l'utilisation de microquantités rend possible l'emploi de substances onéreuses ou dangereuses, à des niveaux de coût ou de sécurité analogues à ceux des expériences traditionnelles effectuées en mode « macro », dont résulte un élargissement de la gamme et de l'intérêt des manipulations réalisables. La seconde raison est liée au gain de temps que procure la réduction de la taille des expériences. La mise en œuvre d'une synthèse, par exemple, requiert une durée réduite de 30 à 40 % en moyenne par rapport à la même synthèse effectuée de manière traditionnelle. Pour s'en convaincre, il suffit de songer à l'allongement du temps et à l'accroissement des difficultés qui résultent de l'opération inverse, lorsque l'on transforme une synthèse test effectuée sur un gramme de réactifs, en une synthèse permettant de préparer plusieurs dizaines de grammes de produit. Ce gain de temps est lié à la fois à la diminution du temps de traitement et de purification, et du temps nécessaire pour nettoyer et ranger la verrerie après la manipulation. Ces observations sont également valables en chimie générale, où la mise en œuvre

des instruments demande très peu de temps (voir par exemple, plus loin, la description de la microburette).

### Les limites

Malgré les multiples avantages évoqués ci-dessus, il convient de rester mesuré, et d'aborder les techniques de la microchimie avec un minimum de réserves. Il est en effet certain que la microchimie ne saurait remplacer totalement l'apprentissage des techniques usuelles, et ce pour trois raisons essentielles.

Bien évidemment, certaines manipulations ne se prêtent pas à une réduction aussi drastique de la taille du matériel et des quantités de réactifs employées, et il faudra continuer à les réaliser à moyenne échelle. C'est par exemple le cas des synthèses multiétapes, de la pH-métrie, de la conductimétrie et de la potentiométrie.

En outre, il est indispensable pour un jeune chimiste de bien maîtriser les techniques classiques pour des raisons d'aptitude et de sécurité, dans la mesure où il sera amené à les utiliser dans sa carrière.

Enfin, la chimie demeure une discipline qui présente des risques, tant au niveau de la santé et de la sécurité de l'expérimentateur qu'au niveau de l'environnement, qu'il s'agisse des effluents des laboratoires ou de ceux de la grande industrie. Mais, en faisant disparaître ces périls du laboratoire d'enseignement, l'usage exclusif de la microchimie risquerait de les masquer, voire de les faire oublier. Or, la sensibilisation des élèves à la protection de l'environnement et l'évolution culturelle, dont il a été question plus haut, ne sont possibles que s'ils restent conscients des aléas que présente la pratique de la chimie. **A ce titre, l'utilisation de blouses, de gants et de lunettes de protection est plus que jamais de rigueur, même dans un laboratoire d'enseignement de la microchimie.**

Des trois constats précédents, il ressort de manière évidente qu'une conversion totale des laboratoires d'enseignement serait une erreur. Par suite, la meilleure solution semble être le mode « semi-micro », où la majeure partie des expériences sont conduites à

l'échelle « micro », mais sans perdre de vue le matériel et les techniques plus classiques. Ce mode est, de plus, tout à fait compatible avec une transformation progressive des installations d'un laboratoire d'enseignement, où le matériel est reconverti, complété ou remplacé progressivement.

### Conversion d'un laboratoire classique en laboratoire « semi-micro » [7a, b, c]

Nous avons montré plus haut que cette formule était la meilleure. Encore faut-il pouvoir effectuer la transformation de son laboratoire à moindre coût, et sans en révolutionner l'organisation. La solution réside essentiellement dans la valorisation du matériel qui s'y trouve déjà.

En chimie générale, inorganique, organique et organométallique, l'instrument de base est la pipette Pasteur dont la contenance correspond approximativement aux volumes de solvants utilisés en microsynthèse. On s'en servira pour filtrer des solutions en plaçant un minuscule morceau de coton à son extrémité ; elle remplira encore l'office d'une microcolonne à chromatographie [3], ou permettra d'effectuer des extractions de façon très simple et très efficace. La nature du matériau qui la constitue, le verre (et non le Pyrex), permettra surtout de la transformer en une multitude d'objets très utiles, à l'aide d'un petit brûleur à gaz vendu dans le commerce. Citons par exemple la réalisation de microbarreaux aimantés en un temps record, en scellant l'extrémité la plus fine de la pipette, en y plaçant un segment de trombone d'un demi-centimètre de long, et en scellant puis détachant la portion de verre entourant le métal. Il est bien sûr possible d'utiliser des barreaux en Téflon dits « grains de riz », mais leur prix de revient unitaire dépasse 10 francs, et beaucoup finissent leur vie dans le siphon d'un évier...

La valorisation du matériel courant passe également par l'utilisation de tous les petits récipients que l'on peut trouver dans son laboratoire (tubes à essais, erlenmeyers et bechers de 5 à 25 mL), et qui jusqu'à présent n'avaient pré-

senté que peu d'intérêt. Le prélèvement des réactifs est réalisé à l'aide d'éprouvettes graduées de 10 à 25 mL et de pipettes Pasteur. Pour prélever des quantités précises, on utilisera plutôt des pipettes graduées de 0,5 à 2 mL, ainsi que des seringues en plastique ou en verre de contenances comprises entre 1 et 5 mL, très pratiques pour prélever de petites quantités de réactifs. Ces dernières seront également utilisées pour des prélèvements ou des additions aux milieux réactionnels dans des conditions spécifiques (réactions en milieu anhydre ou sous atmosphère inerte). Il faudra alors les munir d'une aiguille. Des fioles jaugées de 5 ou 10 mL permettent de réaliser des solutions de concentrations précises, et sont particulièrement adaptées aux analyses quantitatives en spectroscopie UV-visible, car elle permettent d'éviter le gaspillage des produits synthétisés. De même, l'emploi de plaques utilisées en général pour les CCM (chromatographies sur couche mince) analytiques permet de réaliser des CCM préparatives à très faible coût.

L'innovation la plus spectaculaire est sans doute l'abandon définitif des bains d'eau peu commodes (température de chauffage inférieure à 100 °C, vapeur d'eau autour du montage), des chauffe-ballons, et des bains d'huile de silicone dangereux et glissants. Ces techniques de chauffage délicates seront remplacées avantageusement par des bains de sable de très petite

taille. Cette dernière caractéristique permettra d'en assurer un chauffage rapide et homogène sans agitation, par l'emploi de simples plaques chauffantes. L'apport au niveau de la sécurité est également considérable car, dans la mesure où le sable possède une faible chaleur massique et se présente sous forme de grains solides qui n'adhèrent pas à la peau, il est presque impossible de se brûler en cas de mauvaise manœuvre, contrairement à ce qui se produit avec les bains d'eau et d'huile.

En ce qui concerne les expériences élaborées de chimie organique ou organométallique, pour lesquelles le matériel « artisanal » est insuffisant, il existe des kits dans lesquels on trouve les instruments nécessaires à la réalisation de n'importe quel montage, et dont le prix unitaire varie entre 800 et 1 200 francs selon les constructeurs et la nature du contenu. Ces kits bénéficient d'une conception extrêmement ingénieuse, d'une robustesse à toute épreuve, et sont d'une simplicité d'emploi remarquable. Un kit de ce type (distribué par la société Ace-glass aux États-Unis) est présenté à titre d'exemple (figure 1).

Celui-ci comprend deux fioles coniques de respectivement 3 et 5 mL et un ballon de 10 mL. Il est cependant possible dans certaines expériences de remplacer les fioles par des tubes à essais et le ballon par un ballon de 10 mL de rodage 1. Des réfrigérants à air et à eau adaptables sur les réacteurs décrits ci-dessus sont fournis pour les



Figure 1 - Kit de microchimie : « basic kit I » (distribué par la Société Ace-Glass).

réactions qui nécessitent un chauffage à reflux. Pour additionner un réactif au cours de la réaction, il est possible d'adapter un microchandelier sur les fioles coniques ou sur le ballon de 10 mL. Par ailleurs, une microgarde à chlorure de calcium permet de travailler en conditions anhydres. Un adaptateur est également prévu pour l'utilisation d'un thermomètre, ou pour réaliser un montage sous atmosphère spécifique (vide, gaz inerte). Enfin, pour le traitement des produits de la réaction, il existe un dispositif (le tube de Craig) qui permet de collecter de petites quantités de solide, et un appareil de distillation simple ou fractionnée adapté à l'échelle de la manipulation (figure 2).

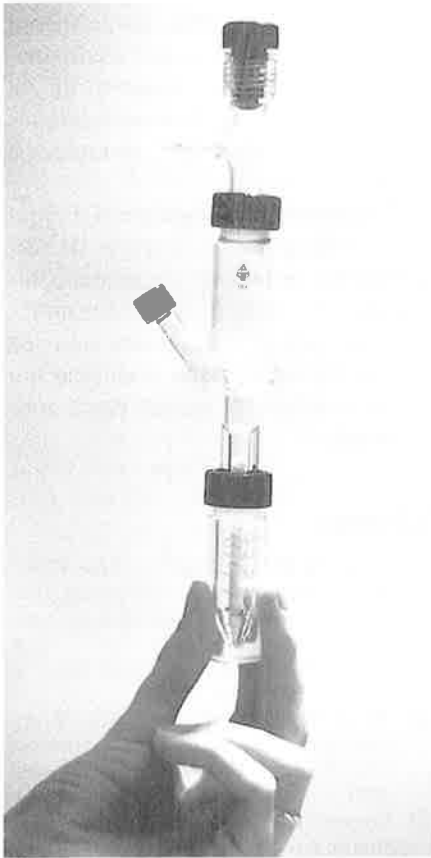


Figure 2 - Appareil à distillation muni d'une colonne à bande tournante pour séparer les constituants d'un mélange de volume compris entre 0,5 et 3 mL.

Comme on peut le constater sur la photographie, la connexion entre les différents éléments de la verrerie que nous avons présentés est réalisée par un filetage externe sur lequel se visse un capuchon. L'étanchéité est assurée par un joint. Ceci évite l'emploi de graisse qui, à cette échelle, nuirait gravement à l'état de pureté des produits et permet

de n'utiliser qu'une seule pince de fixation pour le montage.

En plus du « kit », l'acquisition de très petits büchners (également nommés entonnoirs de Hirsch) est nécessaire, car c'est lors de l'étape de filtration des solides que les pertes sont les plus importantes ; ces pertes sont en effet directement liées à la taille du filtre, qui retient inévitablement une partie des cristaux qui s'y incrustent.

De même en chimie analytique, petits récipients et pipettes de 1 à 5 mL permettent de réaliser n'importe quel dosage utilisant un indicateur de fin de réaction. La réalisation la plus spectaculaire en la matière est sans doute la confection des microburettes (figure 3) [2] : dans un premier temps, un corps de seringue de 5 mL est connecté à l'extrémité supérieure d'une pipette graduée de précision de 2 mL, par l'intermédiaire d'un court tube de caoutchouc flexible.

Ce dispositif permet d'effectuer les opérations de rinçage et de remplissage très rapidement. Il permet également de la vider lentement et de façon contrôlée lors du dosage, par simple pression sur le piston de la seringue, pour peu que l'on ait fixé, à l'extrémité inférieure de la pipette graduée, un embout en matière plastique de très faible section, du type de ceux qu'utilisent en général les biologistes à l'extrémité de leurs pipettes automatiques. Cela permet de diminuer la taille des gouttes et de mieux contrôler le débit de la pipette. L'ensemble est bien sûr fixé sur un support à l'aide d'une pince, comme une burette traditionnelle. L'instrument ainsi constitué apporte à la technique du dosage un intérêt extraordinaire en termes de commodité, de rapidité et de sécurité. En outre, la faible section de cette microburette, ainsi que le contrôle minutieux (grâce au corps de seringue et à l'embout plastique) de la taille et du nombre des gouttes qu'elle délivre, permet d'atteindre la même précision qu'une burette classique.

En dépit de la valorisation du matériel classique, quelques achats demeurent cependant indispensables lors de la restructuration du laboratoire : petites spatules, pipettes de faible contenance, petits entonnoirs, entonnoirs de Hirsch (voir ci-dessus), petites pinces pour attacher la verrerie sont des objets dont

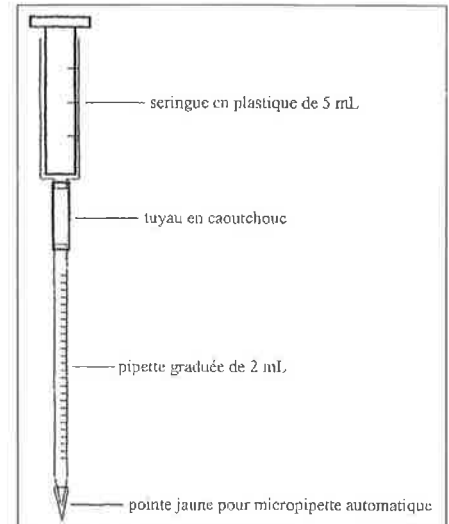


Figure 3 - Microburette.

il faut prévoir l'achat à moyen terme. En outre, un instrument est rigoureusement incontournable et malheureusement très onéreux : la balance de précision (à la précision de 1 ou 0,1 mg), pour laquelle il faut prévoir jusqu'à 10 000 francs. Cependant, son utilisation n'est bien sûr pas réservée spécifiquement à la microchimie, et il s'agit d'un achat d'une très grande utilité.

Le budget global à consacrer à la reconversion complète en mode « semi-micro » d'un laboratoire d'une dizaine de postes avoisine les 30 000 francs (cela comprend l'achat d'une balance de précision ainsi que d'une dizaine de kits). Cet investissement peut être effectué progressivement et son amortissement ne demande que quelques années, mais il demeure peu accessible pour de nombreux lycées. Toutefois, pour la plupart des expériences décrites plus haut, seul l'achat de la balance de précision est indispensable, grâce à l'utilisation ingénieuse du matériel traditionnel. Afin de rendre plus accessible ce matériel, il serait souhaitable que des constructeurs français envisagent sa commercialisation.

## Où trouver la documentation nécessaire à la conception des travaux pratiques ?

### Des ouvrages spécialisés

Le succès de la microchimie aux États-Unis a conduit plusieurs professeurs d'université - dont les respon-



sables du centre de formation de Boston - à développer une multitude de manipulations dans les divers domaines de la chimie. Ces expériences ont ensuite été publiées régulièrement dans le *Journal of Chemical Education*, puis dans des ouvrages édités essentiellement par Wiley. Un résumé de la bibliographie correspondante figure en fin d'article. En outre, nous publions, dans ce numéro de *l'Actualité Chimique*, une expérience de synthèse organique adaptée à l'enseignement supérieur, et qui ne nécessite que peu de matériel spécifique. Nous prévoyons également de publier prochainement d'autres expériences de ce type.

Enfin, un premier ouvrage en français paraîtra durant l'année 1998 et reprendra une série de manipulations simples en chimie générale, inorganique et organique.

### Conversion d'une expérience de l'échelle du gramme à l'échelle de la centaine de milligrammes [8, 9]

Il est également possible et facile de convertir la plupart des manipulations des recueils classiques d'expériences. En général, il suffit de diviser les quantités citées dans la littérature par dix ou cent, afin de travailler sur une quantité de réactifs comprise entre 50 et 500 mg. A cette échelle, il est très important d'apporter un soin particulier à la manipulation. Il pourra ainsi être nécessaire d'employer des solvants anhydres en les séchant sur colonne d'alumine et de sécher la verrerie avant utilisation. Il faut, de plus, toujours veiller à ce que la quantité de produit obtenu suffise pour les analyses nécessaires à l'identification du composé. Pour cela, il faut tenir compte du rendement de la réaction, calculer la quantité de produit attendue, identifier la technique de purification et la méthode d'analyse.

Dans l'exemple ci-dessous, nous avons choisi d'illustrer le changement d'échelle sur la synthèse d'un organomagnésien. Le *tableau II* présente les quantités de réactifs nécessaires selon l'échelle à laquelle on réalise cette réaction.

*Remarque* : A l'échelle micro, il est nécessaire d'employer une goutte de

Tableau II.

Produits	Quantité macro	Quantité micro
Éther diéthylique	200 mL	2 mL
Bromobenzène	10 mL	100 µL
Magnésium sec	2,4 g	24 mg
1,2-Dibromoéthane	—	1 goutte

1,2-dibromoéthane, afin d'activer le magnésium.

Le passage d'une quantité macro à une quantité micro permet de réaliser la synthèse magnésienne en toutes sécurités grâce à la faible quantité d'éther diéthylique employée : 10 postes nécessitent 20 mL d'éther en version microchimie par rapport à 2 L en version macro !

### Conclusion

Qu'on la considère sous l'angle de la pédagogie, de la sécurité, de la protection de l'environnement, ou sous un angle économique, la microchimie semble être en parfaite adéquation avec les exigences de l'enseignement actuel de la chimie expérimentale. Plus qu'une nouvelle façon de manipuler, sa pratique relève d'une nouvelle façon de considérer la chimie dans son ensemble : « *Reproduire exhaustivement les avancées de la chimie moderne, de la manière la plus simple et la plus sûre possible, dans une attitude de respect de la nature* », telle est la façon dont nous concevons l'enseignement pratique de la chimie.

La conversion d'un laboratoire classique en laboratoire « semi-micro » nécessite toutefois un investissement initial important, que nombre de lycées ne semblent pas être en mesure de pouvoir fournir, malgré l'assurance d'un amortissement rapide, puis d'économies certaines après quelques années. Mais nous avons montré qu'avec un peu d'ingéniosité et grâce à la valorisation du matériel classique, il était possible de réaliser la plupart des expériences du niveau secondaire sans autre matériel spécifique qu'une balance de précision.

En ce qui concerne l'enseignement supérieur, le problème semble moins crucial, ce qui permet, aux enseignants des classes de BTS, des IUT, des classes préparatoires aux grandes

écoles, de l'université et des écoles d'ingénieurs, d'aborder l'ensemble des techniques sous l'approche « micro », et de bénéficier de tous les avantages que nous avons exposés.

### Perspectives

Lors des XV<sup>e</sup> JIREC se déroulant à Besançon en mai 1998, sur le thème « Sécurité et protection de l'environnement dans l'enseignement de la chimie », nous présenterons quelques manipulations très faciles et rapides à mettre en œuvre.

Nous envisageons également d'organiser encore plusieurs journées de formation aux techniques de la microchimie dans les mois à venir, auxquelles pourront participer des enseignants de toute la France, dans des conditions qui restent à définir. N'hésitez pas à nous contacter !

### Références

- [1] Singh M.M., Szafran Z., Pike R.M., Davis J.D., Leone S.A., Microscale electrolysis : synthesis of iodoform, its characterisation, Faraday's laws, and Avogadro's number, *J. Chem. Ed.*, vol 72, janv. **1995**, 1, p. A4-A6.
- [2] Singh M.M., Szafran Z., Pike R.M., Construction and use of an inexpensive microburet, *J. Chem. Ed.*, vol. 68, mai **1991**, 5, p. A125.
- [3] Cheymol N., Hoff M., Expérience en version microchimie : extraction d'un produit naturel, *Bull. Un. Phys.*, déc. **1997**, 799, p. 2111-2116.
- [4] Alazard J.P., Picot A., Que deviennent les déchets chimiques de laboratoire ?, *L'Actualité Chimique*, juin **1997**, 6, p. 20-30.
- [5] a) Martin N.H., Waldman F.S., The three R's of resource management in the undergraduate organic chemistry laboratory, *J. Chem. Ed.*, vol. 71, nov **1994**, 11, p. 970-971 ; b) Szafran Z., Singh M.M., Pike R.M., The microscale inorganic laboratory safety, economy and versatility, *J. Chem. Ed.*, vol. 66, nov. **1989**, 11, p. A263-A267.
- [6] Micro/mini-lab, kits and components, Ace Glass catalog 9306.

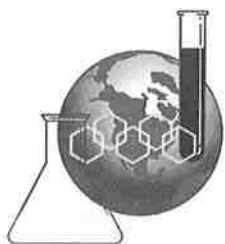
- [7] a) Zipp A.P., Introduction to « the microscale laboratory », *J. Chem. Edu.*, vol. 66, nov. 1989, 11, p. 956-957 ; b) Wood C.G., Microchemistry, *J. Chem. Ed.*, vol. 67, juillet 1990, 7, p. 596-597 ; c) Zubrick J.W., *The organic chem lab survival manuel, a student's guide to techniques*, 3<sup>e</sup> éd., John Wiley, New York, 1992.
- [8] Perlmutter H.D., Kapichak R.K., A multiscale approach to organic chemistry laboratory, introduction of kilo-scale experiments, *J. Chem. Ed.*, vol. 69, juin 1992, 6, p. 507-508.
- [9] Silberman R.G., Runing a microscale organic chemistry lab with limited resources, *J. Chem. Ed.*, vol. 71, juin 1994, 6, p. A140-A141.

### Bibliographie disponible

- Szafran Z., Pike R.M., Foster J.C., *Microscale General Chemistry Laboratory with Selected Macroscale Experiments*, Wiley, New York, 1991.
- Singh M.M., Pike R.M., Szafran Z., *Microscale Experiments for General and Advanced General Chemistry*, Wiley, New York, 1994.
- Singh M.M., Szafran Z., Pike R.M., *Microscale and Selected Macroscale Experiments for General Advanced General Chemistry, an Inovative Approach*, Wiley, New York, 1995.
- Szafran Z., Pike R.M., Singh M.M., *Microscale Inorganic Chemistry : A*

*Comprehensive Laboratory Experience*, Wiley, New York, 1991.

- Mayo D.W., Pike R.M., Trumper P.K., *Microscale Organic Chemistry, 3rd Edition*, Wiley, New York, 1994.
- Mayo D.W., Pike R.M., Trumper P.K., *Microscale Organic Laboratory with Multistep and Multiscale Syntheses, 3rd Edition*, Wiley, 1994.
- Wilcox C.F. & M.F., *Experimental Organic Chemistry : Small Scale Approach, 2nd Edition*, Prentice Hall, 1994.
- Pavia D.L., Lampman G.L., Kriz G.S., Engel R.G., *Introduction to Organic Laboratory Techniques : a Microscale Approach*, 2nd Edition, Saunders College Publishing, 1995.



## 30<sup>e</sup> Olympiade Internationale de Chimie 5 - 14 juillet 1998, Melbourne, Australie

<http://www.ch.adfa.oz.au/ASO/ICH/30ICH/PrepProblems.html>

### Étapes de la préparation

La 30<sup>e</sup> Olympiade Internationale de Chimie sera précédée par une préparation intensive, à l'issue de laquelle les étudiants seront sélectionnés par deux épreuves. Cette préparation s'adresse aux élèves de première année des Classes Préparatoires scientifiques, de toutes filières (PCSI, TPC, BCPST, MPSI), et se déroule en trois temps :

- 1<sup>re</sup> période (décembre à mai) : la préparation s'effectue au sein de la dizaine de centres ouverts cette année, sous forme de cours théoriques complémentaires des programmes de chimie des Classes Préparatoires, et orientés spécifiquement vers le type d'épreuve qui sera proposée par le pays organisateur. A l'issue de ces cours, une épreuve théorique permet de présélectionner 18 candidats.

- 2<sup>e</sup> période (fin mai-début juin) : les candidats présélectionnés sont invités à effectuer un stage pratique intensif d'une semaine à Paris, à l'issue duquel une épreuve pratique permet de sélectionner les quatre étudiants qui représenteront la France aux épreuves finales à Melbourne.

- 3<sup>e</sup> période (début juillet) : les 4 lau-

réats bénéficient de 4 journées de révisions intensives à la carte avant le départ de la délégation.

### Déroulement du séjour

Les épreuves se déroulent les premiers jours. Le pays organisateur propose des sujets qui permettent de tester les aptitudes des candidats d'une manière qui n'est pas la plus habituelle en première année de Classes Préparatoires. Le jury attend des réponses précises sur des formulaires où la place est limitée (les copies sont corrigées en parallèle par les enseignants de l'équipe et par le jury du pays d'accueil, qui ne possède pas nécessairement la langue des candidats). La majorité des points est souvent attribuée à l'élégance et à la rapidité avec lesquelles le résultat a été obtenu. De plus, le mode de raisonnement exigé s'écarte en général des résultats directs du cours et fait appel à des qualités dont la maîtrise représente un défi intellectuel très motivant : le candidat doit lui-même gérer son temps et décider de l'attitude à adopter en termes d'efficacité.

Les organisateurs profitent ensuite de l'Olympiade pour faire découvrir la culture de leur pays à tous les participants.

Cette manifestation est ainsi essentiellement une occasion de rencontres et de nouvelles amitiés entre jeunes rassemblés au départ par une passion commune de la chimie. Les candidats de chaque délégation sont pris en main par un étudiant du même âge, qui possède, en plus de l'anglais, la langue maternelle de ses invités et leur sert de guide pendant toute la durée du séjour.

### Coordination nationale

- Anne SERANI, École Normale Supérieure, Département de Chimie, 24, rue Lhomond, 75231 Paris Cedex 05. Tél. : 01 44 32 32 65. Fax : 01 44 32 34 65.
- Damien LAVERGNE, École Nationale Supérieure de Chimie de Paris, Laboratoire de Synthèse Organique, 11, rue Pierre et Marie Curie, 75231 Paris Cedex 05. Tél. : 01 44 27 67 44. Fax : 01 44 07 10 62.
- Julien LALANDE, Lycée Condorcet, Paris, 20, rue du Chaufour, 59110 La Madeleine. Tél. : 03 20 51 03 41.

**Avec le soutien du ministère de l'Éducation nationale, de la Recherche et de la Technologie, de l'Union des Industries Chimiques, de l'École Normale Supérieure et de l'École Polytechnique.**