

Contact:

BATHILY Aissatou: aissatou.bathily@etu.sorbonne-universite.fr

IYOMA Belle: belle.iyoma@etu.sorbonne-universite.fr

MENG René: rene.meng@etu.sorbonne-universite.fr

NARCY Clotilde: clotilde.narcy@etu.sorbonne-universite.fr

PROJET LABEL VERT: LA PHOTOSYNTHÈSE ARTIFICIELLE
De l'énergie solaire à l'énergie chimique
Compte rendu de la synthèse de la Cobaloxime

Pour cette manipulation, nous sommes restés 3 heures au Fablab.

1) Protocole 1 : Synthèse de la Cobaloxime

Dans cette partie, nous souhaitons synthétiser la cobaloxime à partir des réactifs suivants: H₂DMG, NaBr, Cobalt II, et la Pyridine.

- Liste de la verrerie qu'il faut pour réaliser l'expérience 1

Ballon tricol 100 mL

Réfrigérant

Bécher

Éprouvette graduée 100 mL -Pipette 30mL

Thermomètre

Plaque chauffante

Agitateur magnétique + olive

Pipette 10 mL

Pipette 1 mL

Cristallisoir

Glace

Tube de Schlenk

Appareil à vide

Balance de précision + coupelle de peser

Spatule

Bicol 100 mL

Bouchon à jupe

Adaptateur pour la connexion à la rampe -

Bécher 100 mL

Fritté porosité 3

Spéctroscopie IR ? RMN ?

Pompe



- Calculer les volumes et masses à prélever: étape indispensable car les produits utilisés pour la synthèse sont bruts.
- H₂DMG (M=116,07 g/mol) à 0,42 M, peser m=2.44g, dans une fiole de 50mL ajouter l'éthanol et la masse pesée, afin d'atteindre le trait de jauge. Enfin prélever 30 mL de la solution diluée et chauffer jusqu'à dissolution complète. (+agitateur magnétique)
- NaBr (M=102,9 g/mol) à 1M dans l'eau, peser m=2.06g, dans une fiole de 20mL ajouter de l'eau afin d'atteindre le trait de jauge. Enfin prélever 10 mL de la solution diluée.
- Cobalt II (M=129,839 g/mol) à 0,22 M, peser m=3.2g, dans une fiole de 20mL ajouter de l'eau afin d'atteindre le trait de jauge. Enfin prélever 10 mL de la solution diluée et chauffer jusqu'à 65°C. (+agitateur magnétique)
- Pyridine (M=79 g/mol) à 5 M, prélever 2,2 mL de la solution mère dans une fiole de 5mL et compléter avec du THF pour atteindre le trait de jauge. 3) Préparation des solutions

Photo 1
Préparation de la solution de H₂DMG

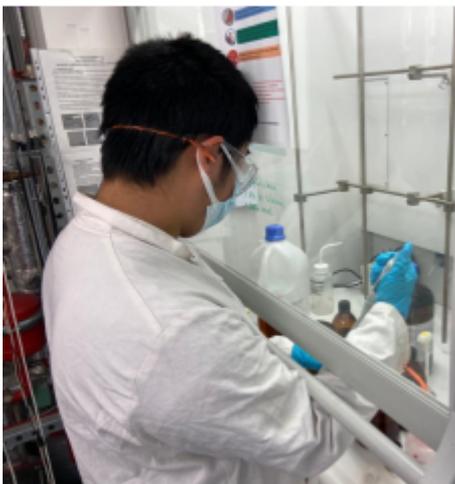


Photo 2
Solution de pyridine diluée

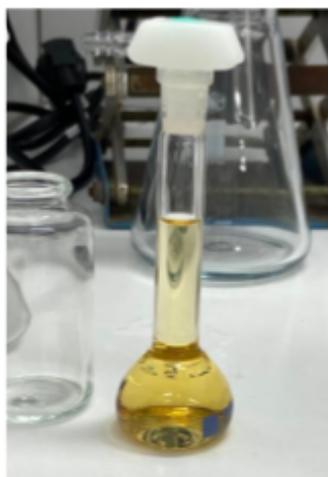


Photo 3
Chauffage de la solution de Cobalt II et H₂DMG

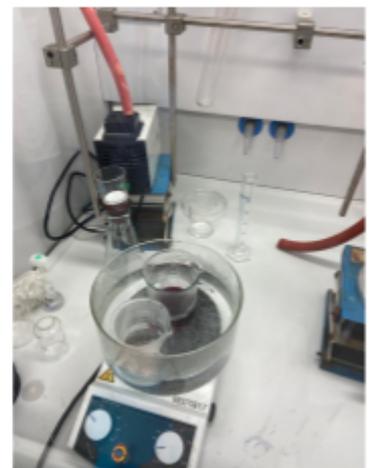


Photo 4
mélange d'eau+H₂DMG+Ethanol



Commentaire Photo 3 et 4

Lors de manipulation, le bécher contenant la solution éthanolique de H₂MG s'est versée dans le récipient. Pas de panique si ça arrive... Nous avons de nouveau préparé la solution, nous ajoutons 1,46 g de H₂DMG dans le ballon bicol et versons 30 mL d'éthanol, comme on peut le voir sur la photo 5.

Photo 5: Chauffage de la solution de Cobalt II

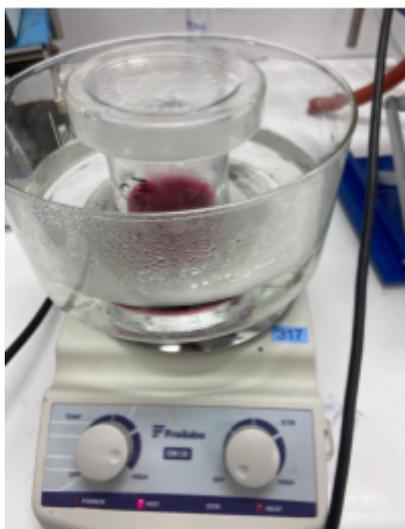


Photo 6: Chauffage de la solution H₂DMG dans le ballon



- Une fois toutes les solutions prêtes, on peut commencer la synthèse.

Photo 7

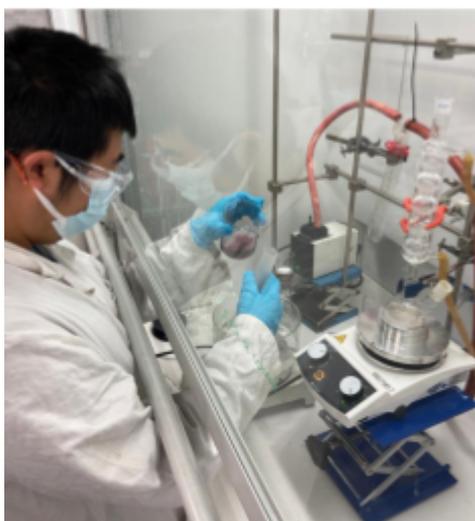


Photo 8



Photo 9



1) Prélever 30 mL du complexe à l'aide d'une éprouvette graduée et verser dans le ballon

2) Ajouter d'1 mL de pyridine à l'aide d'une seringue

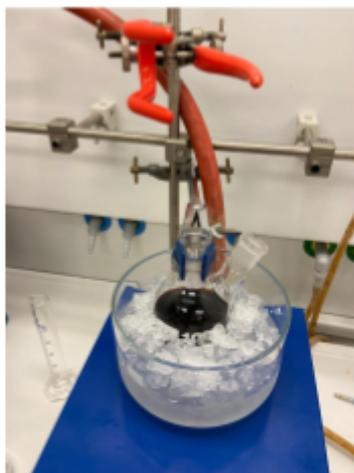
3) Ajouter 10 mL de la solution NaBr aqueuse dans le bicol

Photo 10



4) Barbotage pendant 30 minutes

Photo 11



5) Refroidir pendant 7 minutes

Photo 12



6) Préparer le montage pour la filtration sur fritté

Photo 13



Photo 14



Produit final: Cobaloxime

- Interprétation des résultats

Lors de la manipulation, nous avons rencontré des problèmes, en effet le résultat attendu n'est pas celui-ci. Le produit final n'a pas précipité comme nous pouvons le voir sur la photo 13.

2) Protocole 2 : Test d'activité

Dans cette partie, nous souhaitons mettre en évidence la production de dihydrogène par la cobaloxime à partir d'un test d'activité.

- Tube de Schlenk
- Lampe simulant lumière solaire
- Agitateur magnétique + olive
- bechers

Par manque de temps, nous n'avons pas pu réaliser le test d'activité afin de mettre en évidence les réactions d'oxydo-réduction qui ont lieu dans le complexe permettant la libération du dihydrogène.

Nous tenons à remercier Simon Lanis et toute l'équipe du FabLab de Sorbonne Université.