

**CONCOURS DE RECRUTEMENT D'AIDES TECHNIQUES DE
LABORATOIRE SESSION 2003. EPREUVE PRATIQUES.**

EPREUVE N°2 : OPTION CHIMIE

DUREE TOTALE : 4heures

**INTERROGATION PRELIMINAIRE
(Maximum 40 min)**

I- Préparation d'une solution titrée d'hydroxyde de sodium

Principe :

La préparation d'un volume de solution titrée à partir de substance commerciale s'effectue en quatre phases :

- Préparation d'une solution trop riche, c'est à dire d'une solution de concentration molaire légèrement supérieur à la concentration demandée.
- Etalonnage de cette solution trop riche.
- Ajustage de la concentration trouvée à la concentration désirée par dilution.
- Dosage de contrôle.

But :

Préparer un volume $V = 100 \text{ mL}$ d'une solution de soude à la concentration de $C = 0,1000 \text{ mol.L}^{-1}$ en OH^- à partir de lessive de soude commerciale.

Principe :

On préparera d'abord un volume $V' = 500,00 \text{ mL}$ de solution environ 10% trop riche par rapport à la concentration demandée. On dosera et on déterminera sa concentration C' par une solution d'acide oxalique à préparer. On rectifiera enfin la solution à la concentration C . La solution finale sera vérifiée par pesée d'une solution d'hydrogénophthalate de potassium.

Données :

Sur la solution commerciale, on peut lire :

NaOH

$M \approx 40,00 \text{ g mol}^{-1}$

Pureté ou titre massique: 32 %

Densité = 1,328

1°) Quelle sont les précautions à prendre lors de l'utilisation de solution d'hydroxyde de sodium concentrée?

2°) Quelle est la concentration en d'hydroxyde de sodium de la solution commerciale ?

SUJET INTERROGATION PRELIMINAIRE

II- PREPARATION DE SOLUTIONS TAMPONS

Vous avez à votre disposition les solutions et les produits suivants :

- Solution d'acide acétique à environ $0,2 \text{ mol.L}^{-1}$,
- NaCH_3COO en solution à $0,2 \text{ mol.L}^{-1}$,
- KH_2PO_4 solide ($M = 136 \text{ g.mol}^{-1}$),
- Na_2HPO_4 en solution à $0,05 \text{ mol.L}^{-1}$,
- Solution de NH_4Cl à environ $0,2 \text{ mol.L}^{-1}$,
- Solution de Na_2CO_3 à environ $0,2 \text{ mol.L}^{-1}$,
- NaHCO_3 solide ($M = 84 \text{ g.mol}^{-1}$) en dessiccateur,
- Solution d'acide chlorhydrique à $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ et à 2 mol.L^{-1} ,
- Solution de soude à $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ et à 2 mol.L^{-1} ,
- Solution d'ammoniac à 1 mol.L^{-1} .

Les caractéristiques des couples acido-basiques sont données ci-dessous :

- $\text{H}_3\text{PO}_4/\text{H}_2\text{PO}_4^-$: $\text{pK}_{a1} = 2,1$
- $\text{H}_2\text{PO}_4^-/\text{HPO}_4^{2-}$: $\text{pK}_{a2} = 7,2$
- $\text{HPO}_4^{2-}/\text{PO}_4^{3-}$: $\text{pK}_{a3} = 12,4$
- $\text{NH}_4^+/\text{NH}_3$: $\text{pK}_a = 9,25$
- $\text{CH}_3\text{COOH}/\text{CH}_3\text{COO}^-$: $\text{pK}_a = 4,75$
- $\text{HCO}_3^-/\text{CO}_3^{2-}$: $\text{pK}_a = 10,30$

Comment préparer rapidement et simplement deux solutions tampons de pH voisin de 7 et de 9 à partir des produits mis à votre disposition ?

Les solutions préparées ne seront pas trop diluées et leur volume final sera de 200mL environ chacune.

Justifier et présenter les calculs des quantités à utiliser.

Comment opère-t-on pour régler la valeur du pH de chaque solution avec précision ?

III Montage de chimie organique.

Au cours de la synthèse de la butanone à partir de butan-2-ol et d'eau de Javel, on souhaite réaliser la distillation fractionnée du mélange réactionnel après la transformation chimique pour récupérer la butanone formée. On prendra soin d'éviter rapidement les surchauffes et de maintenir la température au palier d'ébullition de la butanone (environ 80°C). L'ébullition sera régulée.

Faire à main levée et sans perdre de temps un schéma annoté correspondant au montage souhaité.

SUJET INTERROGATION PRELIMINAIRE

3°) Quelle est la masse d'acide oxalique dihydraté que l'on doit peser pour préparer 100mL d'une solution de concentration molaire exactement $0,060 \text{ mol.L}^{-1}$?

On rappelle les masses molaires atomiques suivantes : H : 1 gmol^{-1} ; C : 12 gmol^{-1} ; O : 16 gmol^{-1}

4°) On dose la solution trop riche d'hydroxyde de sodium par la solution d'acide oxalique que l'on vient de préparer (hydroxyde de sodium dans la burette). On rappelle pour l'acide oxalique dihydraté : $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{pK}_{a1} = 1,20$ et $\text{pK}_{a2} = 4,30$.

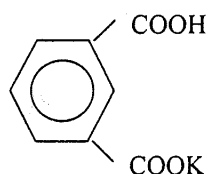
Ecrire l'équation du dosage :

Quelle doit être la prise d'essai de la solution d'acide oxalique pour avoir une chute de burette pas trop éloignée de 10 mL ?

5°) On procède enfin à la vérification de la solution rectifiée par pesée directe d'hydrogénophthalate de potassium.

Ecrire l'équation de ce dosage.

Donnée : La formule de l'hydrogénophthalate de potassium :



En considérant que la solution d'hydroxyde de sodium est bien de $0,1000 \text{ mol.L}^{-1}$, quelle doit-être la masse approximative à peser d'hydrogénophthalate de potassium pour obtenir une chute de burette de 10 mL environ (hydroxyde de sodium dans la burette).

Quels sont le ou les indicateurs le ou les plus adaptés à ce dosage ? Justifier en une ou deux phrases en expliquant quelle est la nature du milieu après l'équivalence.

Indicateur	Zone de virage
Bleu de bromophénol	2,8 - 4,6
hélianthine	3,2 - 4,4
Vert de bromocrésol	3,8 - 5,4
Rouge de méthyle	4,2 - 6,2
Bleu de bromothymol	6,0 - 7,6
Phénolphthanéine	8,3 - 10,0