

**CONCOURS DE RECRUTEMENT D'AIDES TECHNIQUES DE
LABORATOIRE (SESSION 2001). EPREUVES PRATIQUES.**

EPREUVE n°2 : option Chimie.

Durée : 4 heures

**Interrogation préliminaire
(maximum 1/2 heure)**

I - préparation d'une solution titrée d'acide sulfurique à partir d'acide sulfurique commercial.

But

On désire préparer un volume $V_{f_2} = 100,00 \text{ cm}^3$ d'une solution d'acide sulfurique à la concentration $C_2 = 0,100 \text{ mol H}_3\text{O}^+ \cdot \text{L}^{-1}$ à partir de l'acide sulfurique commercial.

Principe

L'acide sulfurique commercial a une pureté mal connue, car il absorbe l'humidité de l'air, il n'est donc pas possible de préparer la solution demandée directement.

On préparera d'abord une solution environ 10% plus riche que celle demandée, de volume $V_{f_1} = 500,00 \text{ cm}^3$, à la concentration $C_1 \approx 0,110 \text{ mol H}_3\text{O}^+ \cdot \text{L}^{-1}$, que l'on dosera par une solution d'hydrogénocarbonate de potassium préalablement préparée et que l'on rectifiera ensuite à la concentration C_2 demandée.

La concentration C_2 sera vérifiée en dosant l'acide par pesée d'hydrogénocarbonate de potassium.

Données

Acide sulfurique commercial:

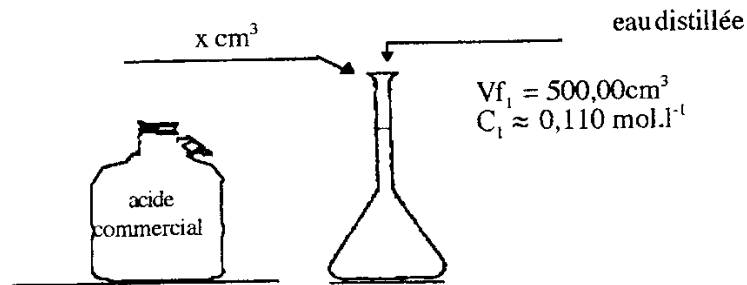
H_2SO_4 : $M \approx 98 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ $d \approx 1,83$ pureté en masse $\approx 95\%$

Hydrogénocarbonate de potassium

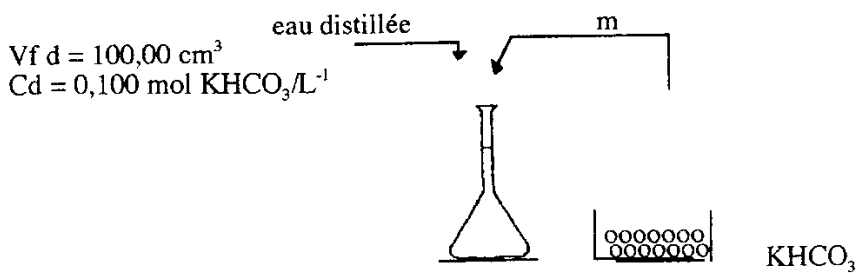
KHCO_3 : $M = 100,11 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ pureté $P = 100\%$.

Schéma de la manipulation

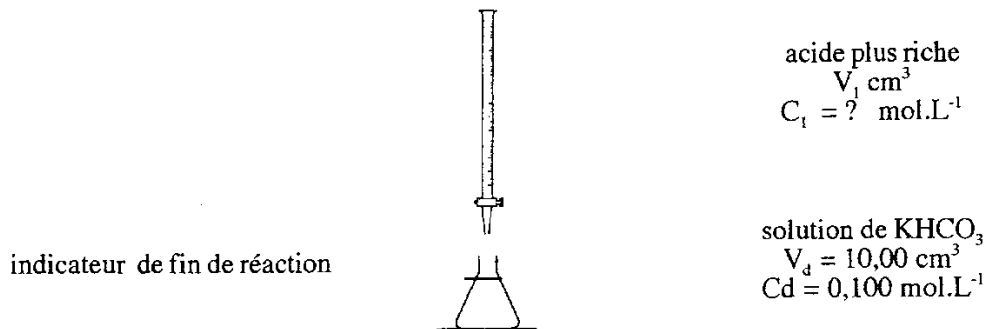
Préparation de l'acide plus riche



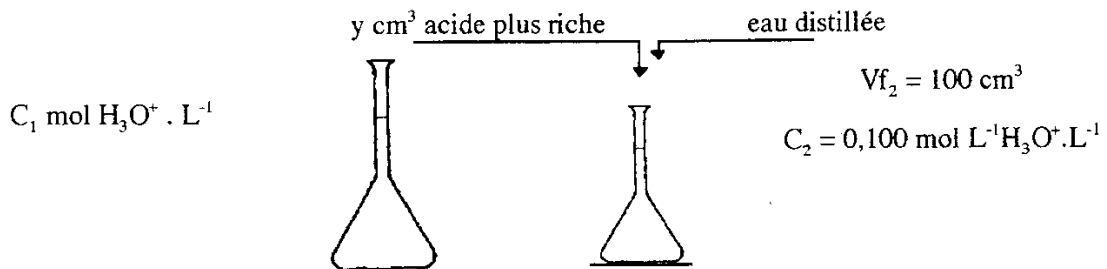
Préparation de la solution titrée de KHCO_3



Dosage de la solution plus riche



Rectification de l'acide plus riche



1. Rappeler les précautions à prendre lors de l'utilisation de l'acide sulfurique concentré.
2. Démontrer que la concentration C_0 en mol $H_3O^+ \cdot L^{-1}$ de l'acide commercial est voisine de $36 \text{ mol } H_3O^+ \cdot L^{-1}$.
3. Démontrer que le volume x d'acide commercial à prélever lors de la préparation de l'acide plus riche doit être voisin de $1,6 \text{ cm}^3$.
4. Donner et justifier le mode opératoire de la préparation de l'acide plus riche.
5. Ecrire l'équation de la réaction du dosage de l'acide sulfurique dilué par la solution d'hydrogencarbonate de potassium.
6. Quels sont les indicateurs les plus adaptés à ce dosage ?

Données :



Noms	pH (zone de virage)
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
phénolphtaléine	8,3 - 10,0

7. Quelle masse m d'hydrogencarbonate de potassium faut-il peser pour préparer 100 cm^3 de solution exactement $0,100 \text{ mol} \cdot L^{-1}$? La pesée se fait à la balance donnant le 10^{-4} g près.

8. Calculer le volume y d'acide à utiliser lors de la rectification si l'acide plus riche a une concentration $C_1 \approx 0,11 \text{ mol } H_3O^+ \cdot L^{-1}$
Donner et justifier le mode opératoire de la rectification de l'acide plus riche.

II - Préparation de solutions tampons

Vous avez à votre disposition les solutions ou les substances suivantes :

- solution d'acide éthanoïque $\approx 0,2 \text{ mol.dm}^{-3}$
- NaCH_3COO en solution $\approx 0,2 \text{ mol.dm}^{-3}$
- $\text{KH}_2\text{PO}_4 \approx$ solide ($M \approx 136 \text{ g.mol}^{-1}$)
- Na_2HPO_4 en solution $\approx 0,2 \text{ mol.dm}^{-3}$
- NH_4Cl solide ($M \approx 53,5 \text{ g.mol}^{-1}$)
- $\text{NaOH} \approx 2 \text{ mol.dm}^{-3}$ et $\text{NaOH} \approx 0,1 \text{ mol.dm}^{-3}$
- $\text{HCl} \approx 2 \text{ mol.dm}^{-3}$

Caractéristiques des couples acide-base

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

9. Comment peut-on préparer, rapidement et simplement, deux solutions tampons de pH voisins de 4,5 et 7,4 à partir des produits précédents ?

10. Justifier la réponse sans entrer dans les calculs.

Comment opère-t-on pour régler la valeur avec précision ?

III - Montage de chimie organique Purification de l'aniline par entraînement à la vapeur

Le montage comprend:

- Un bouilleur produisant la vapeur d'eau muni d'un tube égaliseur de pression. Le chauffage est assuré par un bec bunsen..
- D'un ballon intermédiaire contenant 100 cm^3 d'aniline et 50 cm^3 d'eau.
- Son chauffage est assuré par un chauffe-ballon électrique, que l'on retire lorsque le mélange atteint l'ébullition.
- Ce ballon est surmonté d'une tête de distillation simple muni d'un thermomètre
- (-10°C , 110°C).
- D'un réfrigérant droit, muni d'une allonge de recette.
- Le distillat est récupéré dans un erlen de 250 cm^3 plongé dans la glace.

11. Faire à main levée et sans perdre de temps un schéma correspondant à ce montage.