

**UNIVERSITE DE BOURGOGNE**

**CONCOURS EXTERNE D'ACCES AU CORPS DES ADJOINTS  
TECHNIQUES DE RECHERCHE ET DE FORMATION**

**BAP B**

**Spécialité : Préparateur en Chimie**

**-Session 2005-**

**Epreuve Professionnelle d'Admission**

Durée : 1 h 30 - Coefficient : 3

Le sujet comporte **4 pages au total**. Veuillez vérifier en début d'épreuve s'il est complet et signalez toute anomalie.

Les réponses doivent être portées directement sur la feuille de compte-rendu (page 4).

**L'usage de la calculatrice électronique de poche est autorisé.  
Aucun document n'est accepté.**

## **Matériels et produits mis à votre disposition :**

Agitateur magnétique chauffant

Balance

2 Ballons rodés de 100 mL

1 Barreau aimanté

1 Bécher de 250 mL

Cônes en caoutchouc

1 Cristalliseur

2 Eprouvettes graduées de 10, 50 mL

1 Entonnoir

2 Erlenmeyers de 50 et 100 mL

1 Fiole à vide

Matériel de fixation (statif, pinces, noix, pinces à rodages)

Matériels de sécurité (lunette, gants, blouse)

Papier filtre

Pissette d'eau distillée

1 Réfrigérant

1 Spatule

Support élévateur

1 Tétine rodée

Tube de graisse

Tuyau en caoutchouc

Verre de montre

## Recristallisation d'un composé organique impur

Remplir la feuille de compte-rendu

### Sécurité :

Les produits manipulés et l'expérience ne présentent pas de risque particulier, mis à part l'inflammabilité de l'éthanol.

### Matières premières :

- Composé impur : 1,5 g
- Ethanol à disposition

### Mode opératoire :

- En utilisant le matériel disposé dans la salle de TP, réaliser un montage permettant une recristallisation au reflux de l'éthanol, avec un ballon de 100 mL
- Peser 1 g de solide
- Introduire cette masse de solide à purifier dans le ballon
- Ajouter environ 20 mL d'éthanol, puis porter sous agitation le mélange à une température au voisinage du reflux
- Filtrer à chaud
- Refroidir à température ambiante, sans agiter, puis dans l'eau glacée
- Filtrer sur un entonnoir Büchner, rincer l'erenmeyer avec le filtrat (eaux mères), et laver les cristaux avec un peu d'éthanol froid
- Essorer
- Sécher le produit sous vide dans un ballon taré de 100mL
- Peser la masse obtenue
- Déterminer le point de fusion du produit sec
- Rendre le produit purifié dans un pilulier étiqueté et taré
- Remplir la feuille du COMPTE-RENDU en répondant aux questions

## COMPTE RENDU

### Manipulation

- \* masse de produit pesée  $m_1 =$
- \* masse de produit récupérée  $m_2 =$
- \* rendement de recristallisation  $R =$
- \* aspect et point de fusion du produit non purifié  $T_{F1} =$
- \* aspect et point de fusion du produit purifié  $T_{F2} =$

### Questions

- 1) Lors de l'étape d), pourquoi l'agitation est-elle utile ?
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
- 2) Pourquoi filtre-t-on à chaud ?
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
- 3) Pourquoi emploie-t-on du solvant froid pour le lavage des cristaux lors de l'étape h) ?
  
  
  
  
  
  
  
  
  
  
- 4) Expliquer pourquoi le séchage est effectué sous vide.

