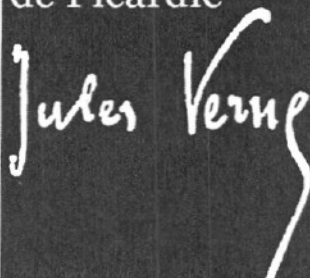


UNIVERSITÉ

de Picardie



DRH  
Formation Concours  
Chemin du Thil  
80025 AMIENS Cedex 1  
Tél. : 03.22.82.74.37  
Fax : 03.22.82.79.83

**SESSION 2004**

**CONCOURS EXTERNE D'ACCES AU CORPS  
DES ADJOINTS TECHNIQUES  
DU MINISTERE DE LA JEUNESSE DE L'EDUCATION NATIONALE  
ET DE LA RECHERCHE**

**BAP B : SPECIALITE " PREPARATEUR EN CHIMIE "**

**EPREUVE PROFESSIONNELLE D'ADMISSION**

**Durée 1 heure 30**

**Aucun document n'est autorisé**

## Purification de l'acide benzoïque à partir de son sel

- Ce type de manipulation a pour but de séparer, purifier et identifier les produits organiques d'un mélange issu d'une synthèse.
- Les acides, organiques ou minéraux, forment par des lavages successifs avec des solutions basiques, hydroxyde, carbonate ou hydrogénocarbonate, des sels solubles en milieu aqueux. Ils peuvent donc, ainsi, être extraits et isolés de leur milieu réactionnel, pour être ensuite régénérés et purifiés.

### III-1) Principe :

Un acide HA réagit avec une base BOH



Complétez la réaction ci-dessus en nommant simplement ce qui se forme.

Les acides carboxyliques par action d'une base forte donnent :



◆ Complétez la réaction.

L'acide organique est isolé sous forme de sel et récupéré par action d'un acide fort :



◆ Complétez la réaction.

### III - 2) Manipulation : réactifs

Le mélange proposé est constitué de 100 g d'acide benzoïque dissous dans 1L d'acétate d'éthyle. La base utilisée est une solution d'hydroxyde de sodium  $0,9 \text{ mol.L}^{-1}$ .



produit II

◆ Complétez la réaction

◆ a) Calculez la concentration de la solution d'acide benzoïque.

◆ b) Combien y a-t-il de moles de cet acide dans les 50mL de la prise d'essai ?

### III - 3) Mode opératoire :

#### Extraction :

- Mesurez, à l'aide d'une éprouvette, 50mL de solution d'acide benzoïque dans l'acétate d'éthyle. Versez la solution d'acide carboxylique dans une ampoule à décanter, ajoutez 10 mL de solution d'hydroxyde de sodium à 10%, agitez.
- Laissez décanter, recueillez la phase contenant le produit **II**, recommencez une seconde fois, rassemblez les phases contenant le produit **II**.
- Effectuez une troisième extraction, laissez décanter, recueillez la phase, contenant peut-être encore un peu de produit **II**, dans un autre récipient. Vérifiez, qu'après addition de quelques gouttes d'acide chlorhydrique  $10 \text{ mol.L}^{-1}$ , il ne précipite plus d'acide benzoïque.

- ◆ c) Notez la quantité nécessaire à la précipitation complète de l'acide carboxylique.
- ◆ d) Indiquez la quantité d'acide chlorhydrique nécessaire à la précipitation **complète** de l'acide benzoïque Indiquez également, comment vérifier que cette quantité est suffisante pour que la précipitation soit totale.

#### Précipitation :

- Versez la solution **II** dans un erlenmeyer à col large, agitez et faites précipiter par addition progressive d'une solution d'acide chlorhydrique  $10 \text{ mol.L}^{-1}$ . Vérifiez à l'aide du papier pH que vous êtes bien en milieu acide.
  - Laissez refroidir quelques instants dans la glace.
  - Filtrez sous vide, essorez, lavez et essorez à nouveau le précipité pour bien le sécher. Laissez tirer sous vide, environ 30 minutes, afin de parfaire le séchage puis placez le produit récupéré dans un cristalliseur.
- ◆ Effectuez 3 pesées à intervalles réguliers, toutes les 3 ou 4 minutes, reportez vos valeurs dans le tableau et commentez.
  - ◆ Calculez le rendement et commentez le résultat en quelques lignes.
  - ◆ Déterminez le point de fusion sur banc de Kofler, estimez la précision de la mesure et présentez le résultat de la manière suivante :

$$\text{PF} = \text{_____} \pm \text{_____} ^\circ\text{C}$$

## Montage :

Lors de l'épreuve écrite, il vous était demandé de réaliser une réaction de Friedel et Crafts d'après le mode opératoire, donné ci-dessous.

### Mode opératoire:

- Dans un ballon tricol de 100mL muni d'une agitation, d'une ampoule à brome à tubulure latérale permettant l'équilibration de pression et d'un réfrigérant relié à un système piégeant, placez 169 mmol (ou 0,169 mol) de chlorure d'aluminium anhydre, recouvrez avec 358 mmol de toluène anhydre.
  - Versez dans l'ampoule à brome 75 mmol d'anhydride acétique.
  - Placez le ballon dans un bain d'huile, réglez une agitation aussi élevée que possible et ajoutez, goutte à goutte, l'anhydride acétique. L'addition devra durer de 15 à 20 minutes. Durant celle-ci, le dégagement sera très nettement visible.
  - Lorsque l'addition est terminée, chauffez le ballon entre 90 et 100°C pendant 30 minutes, vérifiez que le dégagement gazeux est terminé.
- 
- ◆ Dressez la liste de verrerie nécessaire en donnant le nom, la capacité et la quantité de matériel dont vous aurez besoin pour effectuer cette manipulation.
  - ◆ Indiquez si le matériel dont vous disposez, sur votre paillasse et dans votre cuvette, vous permet d'effectuer celle-ci.
  - ◆ Effectuez le montage