

UNIVERSITE PARIS 12 VAL DE MARNE

**Concours externe d'accès au corps des Adjointes Techniques
de Recherche et Formation**

BAP B : Sciences Chimiques et Sciences des Matériaux

Spécialité : Préparateur en Chimie

Session 2004

Epreuve professionnelle :

Durée 1 heure 30

Coefficient 3

Mercredi 17 novembre

Aucun document n'est autorisé.

L'usage de la calculatrice de poche est autorisé.

Ce dossier comprend **4 pages** y compris la page de garde. Les résultats de la première partie sont à inscrire sur la feuille de résultats page 4.

Le sujet de cette épreuve se compose au total de 2 parties. La première concerne la préparation d'une solution étalon et un dosage, la deuxième concerne un montage de distillation.

Nom :

Prénom :

Première partie : préparation d'une solution étalon de Fe^{2+} et dosage d'une solution de permanganate de potassium diluée.

1. Principe

Le permanganate de potassium KMnO_4 , sel soluble et totalement dissocié, est un oxydant fort capable d'oxyder en solution aqueuse les ions Fe^{2+} . La réaction de titrage est une oxydoréduction, le point équivalent est mis en évidence par l'apparition d'une couleur violette persistante due à la présence du permanganate en excès.

Les ions Fe^{2+} constituent le réducteur. Ils sont facilement oxydables par de dioxygène de l'air. Pour éviter ce problème, on utilisera le sel de Mohr, sel dans lequel les ions Fe^{2+} sont stabilisés.

C'est un solide cristallisé vert pale, de formule $\text{FeSO}_4, (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4, 6 \text{H}_2\text{O}$, soluble dans l'eau et totalement dissocié en ses ions, de masse molaire $M = 392,14 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$.

La réaction de titrage, réalisée en milieu acide, est la suivante :



La concentration de la solution de permanganate de potassium à doser est de l'ordre de $2 \cdot 10^{-2} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$.

2. Préparation de 100 ml de solution étalon de sel de Mohr

Pour cela peser exactement une masse d'environ 3 grammes de sel de Mohr. Soit m_{Fe} cette masse.

3. Dosage volumétrique

Prélever avec précision un volume $V_{\text{Fe}} = 10 \text{ ml}$ de la solution étalon préparée de sel de Mohr.

Verser ces 10 ml dans un bécher propre. Ajouter 10 ml d'acide sulfurique $2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$.

Remplir la burette graduée avec la solution à titrer, agiter la solution et lancer le dosage jusqu'à persistance de la coloration violette. Noter le volume V_{KMnO_4} correspondant au point équivalent.

Refaire le dosage de façon à obtenir deux volumes concordants.

4. Résultats

Reporter sur la feuille jointe les valeurs qui vous sont demandées et donner la concentration exacte de la solution de permanganate de potassium avec une précision de 0,5 %.

Deuxième partie : Montage d'un poste de distillation

L'épreuve consiste à réaliser un montage de verrerie utilisable pour purifier un liquide par une technique de distillation fractionnée sous pression atmosphérique.

La température d'ébullition du liquide est au maximum de 150 °C, le volume maximum prévu à purifier est de 50 ml.

Un thermomètre en haut de colonne sera positionné grâce à une tête de colonne avec joint torique coulissant SVL.

Le distillat sera recueilli dans un enlenmeyer.

Le dispositif de chauffage sera constitué d'un agitateur magnétique chauffant posé sur un élévateur et d'un valet en aluminium pour assurer le contact thermique entre la plaque de l'agitateur et le ballon. Un barreau aimanté tournant de forme ovoïde assurera la régulation de l'ébullition.

Vous disposez sur la paillasse et dans un bac de tout le matériel dont vous avez besoin (verrerie, tuyaux, thermomètres, etc).

Chaque pièce de verre sera solidement fixée par des pinces à un statif et maintenue entre elles lorsque cela se justifie, par des « clips ».

FEUILLE DE RESULTATS

NOM :	Prénom :
-------	----------

Préparation de la solution étalon de sel de Mohr

Masse de sel de Mohr introduite dans la fiole jaugée : $m_{\text{Fe}} = \dots\dots\dots$ grammes

Volume de la fiole jaugée : 100 ml

Concentration de la solution étalon de sel de Mohr :

$$C_{\text{Fe}} = \dots\dots\dots \text{mol.L}^{-1}$$

Dosage de la solution de permanganate de potassium

Volume prélevé de la solution de sel de Mohr : $V_{\text{Fe}} = 10$ ml

Premier essai Volume observé au point équivalent

$$V_{1\text{KMnO}_4} = \dots\dots\dots \text{ml}$$

Deuxième essai Volume observé au point équivalent

$$V_{2\text{KMnO}_4} = \dots\dots\dots \text{ml}$$

Volume moyen versé au point équivalent :

$$V_{\text{KMnO}_4} = (V_{1\text{KMnO}_4} + V_{2\text{KMnO}_4})/2 = \dots\dots\dots \text{ml}$$

Concentration de la solution de permanganate de potassium :

$C_{\text{KMnO}_4} = \dots\dots\dots \pm \dots\dots\dots \text{mol.L}^{-1}$
