

UNIVERSITE PARIS 12 VAL DE MARNE

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

BAP B : Sciences Chimiques et Sciences des Matériaux

Spécialité : Préparateur en Chimie

Session 2005

Épreuve professionnelle :

Durée 1 heure 30

Coefficient 3

Mercredi 19 octobre

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 réponses aux questions et les résultats 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 purification de l'acide benzoïque, la deuxième concerne la réalisation d'un montage.

Nom :

Prénom :

Première partie : Purification de l'acide benzoïque.

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 (contenant des ions hydroxyde, carbonate ou hydrogencarbonate), des sels solubles en milieu aqueux. Ils peuvent donc ainsi être extraits et isolés de leur milieu réactionnel, pour être ensuite régénérés et purifiés.

1. Principe

Les acides carboxyliques par action d'une base forte donnent des sels (carboxylates). Dans le cas de l'acide benzoïque :



1.1. Complétez la réaction.

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



1.2. Complétez la réaction.

2. Réactifs

Le mélange proposé est constitué de 100 g d'acide benzoïque (produit **A**) dissous dans 1 L d'acétate d'éthyle. La base utilisée est une solution d'hydroxyde de sodium à 3 mol.L^{-1} . On obtient ainsi du benzoate de sodium (produit **B**).

2.1. Calculez la concentration de la solution d'acide benzoïque.

2.2. Quelle quantité de cet acide (exprimée en moles) y a-t-il dans les 50 mL de la prise d'essai ?

On donne les masses atomiques en g.mol^{-1} : H : 1 C : 12 O : 16

3. Mode opératoire :

3.1. Extraction :

- ✓ Mesurez, à l'aide d'une éprouvette, 50 mL 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 3 mol.L^{-1} , agitez.
- ✓ Laissez décanter, recueillez la phase contenant le produit **B**, recommencez une seconde fois, rassemblez les phases contenant le produit **B**.
- ✓ Effectuez une troisième extraction, décantez, recueillez la phase, contenant peut-être encore un peu de produit **B**, dans un autre récipient. Vérifiez, qu'après addition de quelques gouttes de cette phase dans de l'acide chlorhydrique à 10 mol.L^{-1} , il ne précipite plus d'acide benzoïque. Si un précipité apparaît, mélangez cette phase avec les autres phases contenant le produit **B**.

3.1.1. Notez le volume de soude utilisé.

3.1.2. Indiquez comment vérifier expérimentalement que la précipitation de l'acide benzoïque est totale.

3.2. Précipitation :

Versez la solution contenant **B** dans un erlenmeyer à col large, agitez et faites précipiter par addition progressive d'une solution d'acide chlorhydrique à 10 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.

Placez le cristalliseur dans l'étuve jusqu'à masse constante.

- 3.2.1. Effectuez 3 pesées à intervalles réguliers, toutes les 3 ou 4 minutes, reportez vos valeurs dans le tableau et commentez.
- 3.2.2. Calculez le rendement et commentez le résultat en quelques lignes.
- 3.2.3. Déterminez le point de fusion sur banc de Kofler, estimez la précision de la mesure et présentez le résultat comme indiqué sur la feuille de résultats.

Deuxième partie : Réalisation d'un montage de synthèse organique.

La synthèse du triphénylméthanol nécessite, dans un premier temps, la préparation d'un organomagnésien, le bromure de phénylmagnésium. À partir du mode opératoire, on demande la réalisation du montage permettant d'effectuer cette première étape.

1. Mode opératoire :

Équiper un ballon tricol de 250 mL d'un réfrigérant ascendant et d'une ampoule à brome, ces derniers portant chacun un tube de garde bouché par du coton de verre et garni de chlorure de calcium.

Introduire dans le ballon 0,5 gramme de magnésium en copeaux et le barreau aimanté, les recouvrir d'un minimum d'éther anhydre.

Placer dans l'ampoule à brome 3,2 mL de bromobenzène.

Faire couler environ 10 gouttes de bromobenzène sur le magnésium sans agiter. Si la réaction ne démarre pas, chauffer légèrement ou rajouter quelques cristaux d'iode. Après démarrage de la réaction (ébullition de l'éther et décoloration du milieu), ajouter 30 mL d'éther anhydre dans l'ampoule à brome (bien mélanger) et additionner goutte à goutte la solution étherée de bromobenzène. L'addition doit permettre de conserver un reflux modéré d'éther. Si ce reflux devient trop important, ralentir l'ajout du réactif.

Maintenir l'agitation à température ambiante 1/4 d'heure après la fin de l'addition. La solution obtenue est de couleur grisâtre (éventuellement brune si de l'iode a été rajouté).

2. Réalisation

Effectuer le montage correspondant.

Le ballon sera placé sur un valet en aluminium placé sur un agitateur magnétique pouvant être chauffant posé sur un élévateur. Un barreau aimanté tournant de forme ovoïde assurera l'agitation.

Vous disposez sur la paillasse et dans les placards de tout le matériel dont vous avez besoin.

Chaque pièce de verre sera solidement fixée par des pinces à un statif et lorsque cela se justifie, le maintien sera assuré par des « clips ».

FEUILLE DE RESULTATS

NOM :	Prénom :
-------	----------

Première partie : Purification de l'acide benzoïque.

1. Principe

1.1. Complétez la réaction : $C_6H_5COOH + HO^- \rightarrow$ +

1.2. Complétez la réaction : + $H_3O^+ \rightarrow C_6H_5COOH +$

2. Réactifs

2.1. Calcul de la concentration de la solution d'acide benzoïque :

$$C(C_6H_5COOH) = \dots\dots\dots mol.L^{-1}$$

2.2. Calcul de la quantité d'acide benzoïque présente dans les 50 mL de la prise d'essai :

$$n(C_6H_5COOH) = \dots\dots\dots mol$$

3. Manipulation :

3.1.1. $v(NaOH) = \dots\dots\dots mL$

3.1.2. Comment vérifie-t-on que la réaction est totale ?

3.2.1. Tableau des pesées

Heure				
Masse (g)				

3.2.2. Masse obtenue : $\dots\dots\dots g$

Rendement de la purification : $\dots\dots\dots \%$

3.2.3. Point de fusion : $\dots\dots\dots \pm \dots\dots\dots ^\circ$