

Concours externe de technicien de recherche et de formation

BAP B : Sciences chimiques Sciences des matériaux

Emploi-type : technicien en technologies de biomolécules

Session 2011

Epreuve écrite d'admissibilité

Durée de l'épreuve : 3 heures – coefficient 3

Date de l'épreuve : Mardi 17 mai 2011 de 9h00 à 12h00.

Vérifier que votre sujet comporte bien 12 pages (y compris celle-ci) avant de commencer :

- Partie 1 (12 points)
- Partie 2 (19 points)
- Partie 3 (7 points)
- Partie 4 (12 points)
- Partie 5 (10 points)

- Les réponses aux questions doivent être données directement sur le sujet aux emplacements prévus à cet effet.
- L'ensemble du sujet est à remettre avec votre copie d'examen.
- Les différentes parties sont indépendantes.
- Les durées sont données à titre indicatif.
- L'usage d'encre de couleur rouge ou verte est interdit.
- Les documents sont interdits.
- L'usage de la calculatrice scientifique non programmable est autorisé.

Attention !

Vous inscrirez votre nom uniquement dans la partie supérieure de la bande en-tête de la copie d'examen mise à votre disposition. Toute mention d'identité ou tout signe distinctif porté sur les pages du sujet conduira à l'annulation de votre épreuve.

PARTIE 1 : Dosage de H₂O₂ dans un échantillon inconnu (X) : (30 min)

On souhaite déterminer le taux de peroxyde d'hydrogène (H₂O₂) d'un échantillon X de masse 2,1053 g.
On dispose pour cela de solutions d'acide oxalique (HO₂C-CO₂H) de concentration C₁ = 0,06 mol.L⁻¹ et de permanganate de potassium (KMnO₄) de concentration C₂ inconnue.

On dose un volume de 20 mL (V₂) de KMnO₄ par la solution d'acide oxalique : V_{1éq} = 18,3 mL.

Question 1 : Ecrire les équations d'oxydo-réduction mises en jeu au cours du dosage.

Question 2 : En déduire la concentration (C₂) de la solution de permanganate.

On dissout ensuite l'échantillon X dans 100 mL d'eau et on dose un volume de 20 mL (V₃) de cette solution par la solution de KMnO₄ précédemment dosée (V_{2éq} = 22,1 mL).

Question 3 : Ecrire les équations d'oxydo-réduction mises en jeu au cours du dosage.

Question 4 : Calculer la concentration en peroxyde d'hydrogène de la solution d'échantillon X.

Question 5 : Déterminer la masse de peroxyde d'hydrogène présente dans l'échantillon X.

Question 6 : En déduire le taux (% massique) recherché.

Données : couples mis en jeu : (O_2 / H_2O_2) , (CO_2 / HO_2C-CO_2H) , (MnO_4^- / Mn^{2+})

Masses molaires : $M_O=16 \text{ g.mol}^{-1}$, $M_H=1 \text{ g.mol}^{-1}$, $M_C=12 \text{ g.mol}^{-1}$

PARTIE 2 : Analyse des métabolites de la vanilline. (60 min)

La vanilline peut être obtenue après oxydation de l'acide férulique selon les étapes décrites dans la figure 2.1.

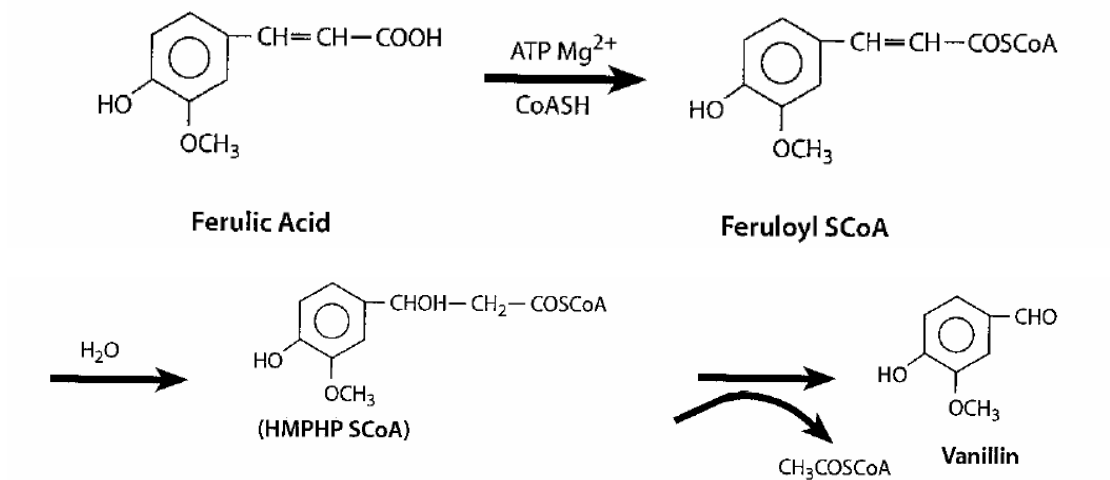


Figure 2.1

Les métabolites présentés dans la figure 2.1 sont analysés selon le protocole suivant :

Analysis of Metabolites—Metabolites, including the components of cell-free reaction mixtures, were routinely analyzed and quantitated by HPLC using a Lichrosorb RP-18 column (20 cm × 4.6 mm; Capital HPLC, Broxburn, West Lothian, UK) with a multiphasic gradient. Solvent A was 20 mM NaOAc, adjusted to pH 6, and solvent B was MeOH. The flow rate was 1.2 ml/min. The proportion of solvent B rose linearly from 0% at 0 min to 10% at 15 min and then to 50% at 40 min and 75% at 45 min, finally decreasing to 0% at 50 min. Detection was with a Spectra Focus detector (ThermoSeparation Products, Stone, Staffordshire, UK) which permitted UV analysis of each eluting component.

Question 1 : Quelle est la technique séparative utilisée ?

Question 2 : Quel sont les constituants de la phase mobile ?

Question 3 : La colonne utilisée est elle une phase normale ou inverse ?

Question 4 : Quel est le mode d'élution utilisé ?

Question 5 : Quelle est la détection utilisée ?

Question 6 : Compte tenu des spectres UV-Vis de certains des composés (*Figure 2.2*), à quelle longueur d'onde feriez-vous la détection ?

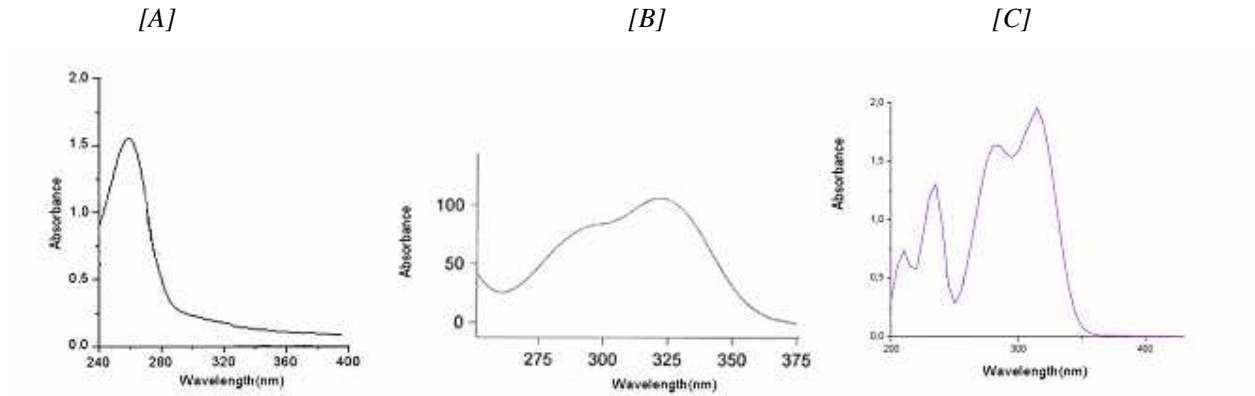


Figure 2.2 : Spectres UV-Vis du Co-enzyme A [A], de l'acide férulique [B] et de la vanilline [C]

On vous demande de préparer les solutions d'élution.

Question 7 : De quel(s) équipement(s) et matériel(s) aurez-vous besoin ?

Les temps de rétention des composés et les largeurs des pics à la base sont indiqués dans le tableau 2.1

Tableau 2.1

	Temps de rétention (min)	Largeur de pic à la base (min)
CoASH (Co-enzyme A)	3	0,8
Acide férulique	19	1,2
Acétyl-SCoA	22	1,33
HMPHPSCoA	29	1,86
Vanilline	31,5	2,5
Féruloyl-SCoA	34	3,1

Question 8 : Qu'appelle-t-on temps de rétention ?

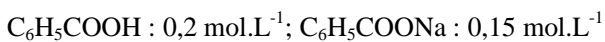
Question 9 : Calculer la résolution entre la Vanilline et le Féruloyl-SCoA

PARTIE 3 : Préparation de solutions (30min)

Question 1 : Calculer dans l'eau et à 25 °C les solubilités en mol.L⁻¹ des composés suivants :



Question 2 : On dispose des solutions suivantes :



Comment peut-on préparer 100 mL de solution tampon de pH 4,7 ? (Donner le détail des calculs).

Question 3 : Comment contrôlez-vous le pH de la solution obtenue en **Question 2** ?

PARTIE 4 : Dosage spectrophotométrique de l'anthranilate de méthyle (45 min)

L'anthranilate de méthyle (AM) est un pesticide servant de répulsif à oiseaux mais également utilisé en parfumerie et dans l'industrie des arômes (on retrouve cette molécule dans les fleurs d'oranger ou de jasmin...). Sa formule semi-développée est donnée figure 4.1.

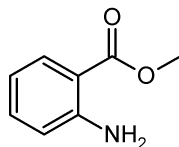


Figure 4.1

Le dosage à 327 nm avec une cuve en quartz de $l = 1$ cm donne les résultats indiqués dans le tableau 4.1

Tableau 4.1

AM ($\mu\text{mol.L}^{-1}$)	45	45	90	90	135	135	180	180	270	270	290	290	330	330	400	400
Absorbance (UA)	0,19	0,22	0,37	0,43	0,54	0,6	0,84	0,68	1,26	1,15	1,3	1,33	1,44	1,52	1,52	1,55

Question 1 : Pourquoi utilise-t-on une cuve en quartz ?

Question 2 : Rappeler la loi de Beer Lambert en définissant chacun de ses termes et en précisant les unités utilisées dans la pratique.

Question 3 : Représenter (*sur papier millimétré en annexe, page 12*) à partir du tableau 4.1 la courbe du dosage obtenue et déterminer le coefficient d'extinction molaire.

Question 4 : L'absorbance d'une solution d'anthranilate de méthyle vaut $A_1 = 0,76$ calculer la concentration de cette solution.

Question 5 : Même question pour une solution dont l'absorbance vaut $A_2 = 2,22$. Commenter.

PARTIE 5 : A partir de l'étiquette de l'épichlorhydrine (15 min)

Ce produit est utilisé dans la production de résines époxy



Question 1 : Donner la signification des 4 pictogrammes figurant sur l'étiquette.

Question 2 : Quels sont les risques encourus lors de la manipulation de ce produit ?

Question 3 : Quels sont les équipements de protection collective et individuelle à utiliser impérativement ?

ANNEXE 1