

Groupement interacadémique IV

Session 2004/1

Code : 500 220 02

Page : 1/6

EXAMEN : CAP Employé technique de laboratoire

Durée : 3 h

Epreuve : EP1.1 - Epreuve pratique

Coefficient : 4

Travaux pratiques de chimie

Ce sujet comporte 6 pages numérotées de 1/6 à 6/6.
Assurez-vous que cet exemplaire est complet.
S'il est incomplet, demandez un autre exemplaire au chef de salle.

- Sujet -

DOSAGE DE L'ACIDE SULFURIQUE CONTENU DANS UN BAIN ÉLECTROLYTIQUE

Le professeur intervient à la demande du candidat ou lorsqu'il le juge opportun.

BUT DE L'ÉPREUVE PRATIQUE :

Le premier objectif (1^{ère} partie) de l'épreuve pratique proposée est la détermination expérimentale de la concentration massique d'une solution d'acide sulfurique utilisée dans un bain électrolytique. Il faudra vérifier que cette valeur de la concentration appartient à un intervalle donné.

Le deuxième objectif (2^{ème} partie) de l'épreuve pratique proposée est de réaliser un montage de distillation fractionnée.

CONSIGNES DE SÉCURITÉ :

L'acide sulfurique concentré et l'hydroxyde de sodium sont des produits corrosifs qui provoquent de graves brûlures.

Porter la blouse fermée, les lunettes de protection. Attacher les cheveux.

Manipuler avec précaution la verrerie, ainsi que les produits.

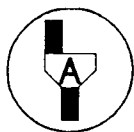
En cas de contact avec les yeux, laver abondamment. **Ne jamais verser d'eau dans l'acide.**

En fin de séance, récupérer les produits usagés dans des bacs en vue d'un recyclage.

TRAVAIL À RÉALISER :

1^{ère} PARTIE

1 - PRÉPARATION DE LA SOLUTION DILUÉE S₁



Ce symbole signifie « Appeler le professeur »

Appel n°1 :

Appeler le professeur pour réaliser devant lui la manipulation suivante :

Préparation de 200 cm³ de solution d'acide sulfurique par dilution au 1/100ème.

Dans une fiole jaugée de 200 cm³ à moitié remplie d'eau déminéralisée :

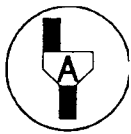
- Introduire avec une pipette jaugée 2,0 cm³ de la solution d'acide sulfurique S, (bain électrolytique).
- Ajuster au trait de jauge avec de l'eau déminéralisée.

La solution ainsi préparée dans la fiole jaugée est appelée solution S₁.

*Aucun document personnel n'est autorisé
L'usage de la calculatrice est autorisé*

2 – ÉTALONNAGE DU pH-MÈTRE

Le mode opératoire de l'appareil est placé sur le poste de travail. L'électrode combinée est branchée au pH-mètre.



Appel n°2

- Mettre l'appareil sous tension, puis sélectionner « pH ».
- Plonger l'électrode combinée, préalablement rincée à l'eau déminéralisée, dans la solution tampon, pH = 7.
- Régler la température de la solution.
- Régler l'affichage de l'appareil à la valeur pH = 7.
- Plonger l'électrode combinée, préalablement rincée à l'eau déminéralisée, dans la solution tampon, pH = 4
- Régler l'affichage de l'appareil à la valeur pH = 4.
- Placer l'électrode combinée dans un bécher d'eau déminéralisée.
- Maintenir l'affichage en position « pH ».

3 – DOSAGE D'UNE SOLUTION D'ACIDE SULFURIQUE, S_1 , PAR UNE SOLUTION TITRÉE D'HYDROXYDE DE SODIUM

Un seul dosage sera effectué.

- Charger la burette avec la solution d'hydroxyde de sodium, $C_B = \dots\dots\dots$ mol/L.
- Introduire $V_A = 20 \text{ cm}^3$ de solution, S_1 , d'acide sulfurique dilué dans un bécher de 75 cm^3 propre et sec, contenant un barreau aimanté propre et sec. Positionner le bécher sur l'agitateur magnétique.
- Mettre en place l'électrode combinée dans le bécher.
- Verser la solution d'hydroxyde de sodium dans le bécher, conformément au tableau ci-dessous. Agiter la solution et noter le pH dans ce tableau pour chacun des volumes d'hydroxyde de sodium versé de 0 à 25 cm^3 .

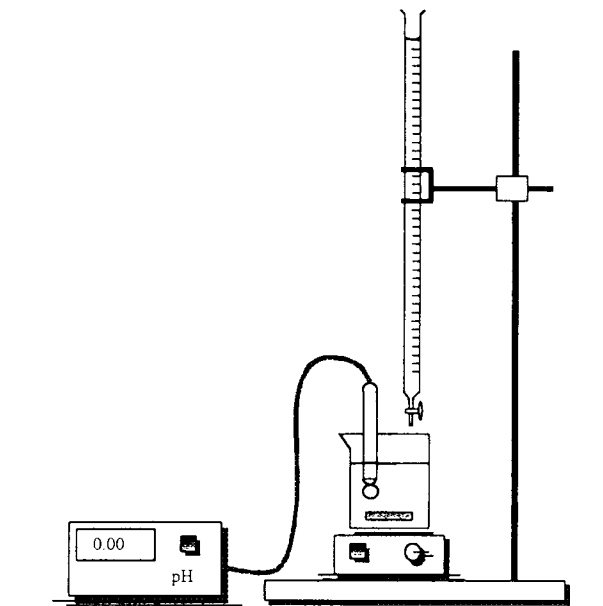


Appel n°3

En fin de manipulation, replacer l'électrode combinée dans le bécher d'eau déminéralisée. Nettoyer et ranger le matériel et le poste de travail.

Compléter le tableau ci-dessous :

V_{NaOH} en cm^3	pH	V_{NaOH} en cm^3	pH
0		13.5	
1		14	
2		14.5	
3		15	
4		15.5	
5		16	
6		16.5	
7		17	
8		18	
9		19	
10		20	
11		21	
12		23	
13		24	



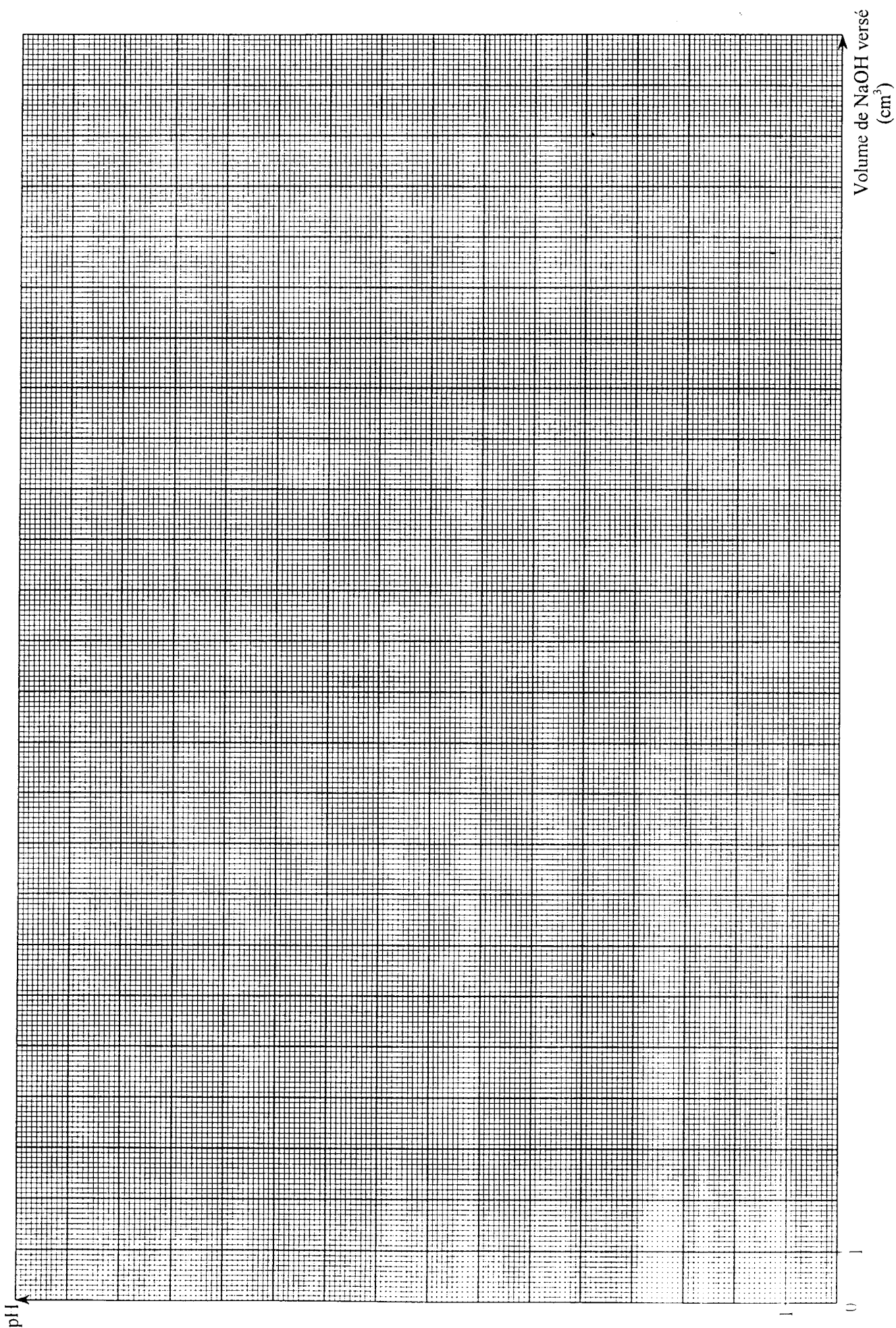
4 – DÉTERMINATION DE LA CONCENTRATION MOLAIRES ET MASSIQUES DE LA SOLUTION D'ACIDE SULFURIQUE

4.1. Construire (sur la feuille de papier millimétrique page 3) la courbe de variation du pH de la solution d'acide sulfurique en fonction du volume d'hydroxyde de sodium versé.

Écrire le titre.

Échelle : en abscisse, 1 unité représente 1 cm^3 d'hydroxyde de sodium versé
en ordonnée, 1 unité représente 1 unité de pH

- 4.2 Déterminer le point d'équivalence E en utilisant la méthode du tracé des tangentes à la courbe.
Rappel : construire deux tangentes à la courbe et parallèles entre elles. Tracer alors la droite parallèle et équidistante à ces deux tangentes. Le point d'intersection de cette droite et de la courbe est le point d'équivalence E.



Les coordonnées du point d'équivalence, E, sont :

E (..... ;

4.3. Noter le volume d'hydroxyde de sodium versé à l'équivalence.

$V_B = \dots\dots\dots \pm \dots\dots \text{ cm}^3$

4.4. Écrire l'équation de la réaction chimique entre la solution d'acide sulfurique et la solution d'hydroxyde de sodium à l'équivalence.

(..... +) + (..... +) \rightarrow (..... +) + (.....)

4.5. Nommer le type de dosage réalisé au cours de cette épreuve pratique.

4.6. Calculer pour la solution d'acide sulfurique :

4.6.1. La concentration molaire, C_A de la solution dosée, S_1 , en sachant qu'à l'équivalence

$$2C_A \times V_A = C_B \times V_B \quad \left\{ \begin{array}{l} C_A : \text{concentration molaire de l'acide sulfurique dosé en mol / L} \\ V_A : \text{volume de la prise d'essai de la solution d'acide sulfurique en cm}^3 \\ C_B : \text{concentration molaire de la solution d'hydroxyde de sodium en mol / L} \\ V_B : \text{volume d'hydroxyde de sodium versé à l'équivalence en cm}^3 \end{array} \right.$$

Calculs :

.....
.....
.....
.....
.....

$C_A = \dots\dots\dots \pm 0.002 \text{ mol / L}$

4.6.2. La concentration molaire, C, du bain électrolytique d'acide sulfurique, S en sachant qu'elle est cent fois plus grande que la concentration molaire, C_A , de la solution dosée, S_1 .

$C = \dots\dots\dots$

$C = \dots\dots\dots \pm 0.002 \text{ mol / L}$

4.6.3. La concentration massique, C_m , du bain électrolytique d'acide sulfurique, S, en sachant que

$$C_m = C \times M \quad \left\{ \begin{array}{l} C : \text{concentration molaire du bain électrolytique d'acide sulfurique,} \\ M : \text{masse molaire de l'acide sulfurique, } M = 98.07 \text{ g / mol} \end{array} \right.$$

$C_m = \dots\dots\dots \pm 0.1 \text{ g / L}$

5 – VALIDER LES RÉSULTATS

Comparer la valeur expérimentale de la concentration massique, C_m , du bain électrolytique d'acide sulfurique, S, avec les valeurs de l'intervalle donné dans le tableau ci-dessous.

Composé chimique à doser	Intervalle à respecter	Réajustement proposés si C_m est hors intervalle
Solution d'acide sulfurique	$200 \text{ g/L} < C_m < 220 \text{ g/L}$	<p>1^{er} réajustement : Si $C_m < 200 \text{ g/L}$, approvisionner le bain en acide sulfurique.</p> <p>2^{ème} réajustement : Si $C_m > 220 \text{ g/L}$, procéder à un rejet du bain.</p>

5.1. Entourer dans le tableau ci-dessous les réponses qui conviennent :

C_m expérimental appartient à l'intervalle donné		Le bain électrolytique S doit être réajusté	
oui	non	oui	non

5.2. Dans le cas où le bain électrolytique S doit être réajusté, indiquer le réajustement qui convient en entourant la réponse exacte parmi les deux propositions ci-dessous :

1^{er} réajustement

ou bien

2^{ème} réajustement

RÉALISATION D'UN MONTAGE DE DISTILLATION FRACTIONNÉE

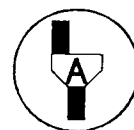
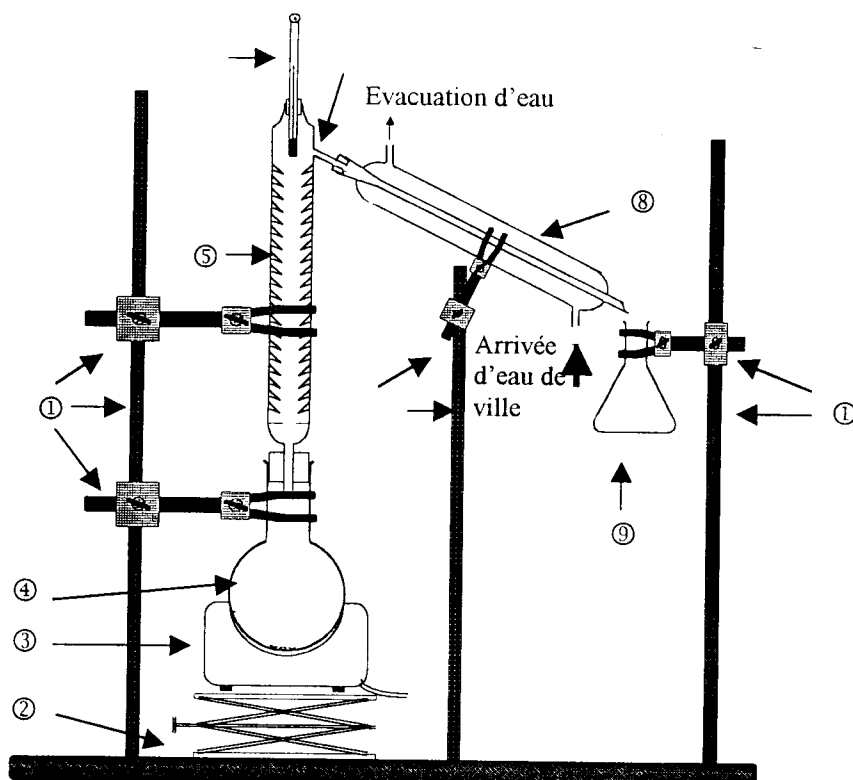
Durée : 1 heure

Matériel à la disposition du candidat :

- ① - 3 supports + 4 noix de serrage + 4 pinces (les supports peuvent être remplacés par des ensembles modulaires de tiges verticales et horizontales)
- ② - 1 support élévateur
- ③ - 1 chauffe-ballon
- ④ - 1 ballon de 250 ou 500 cm³
- ⑤ - 1 colonne de type Vigreux
- ⑥ - 1 thermomètre et son bouchon
- ⑦ - 1 raccord coudé à environ 60°
- ⑧ - 1 colonne réfrigérante + feuille anglaise. (le candidat réalisera les raccordements d'arrivée d'eau et de rejet d'eau conformément au schéma).
- ⑨ - 1 erlenmeyer

Travail demandé : Réaliser le montage à partir du schéma ci-dessous, conformément aux exigences de sécurité, de précision, d'étanchéité et de propreté. Les appareils sont positionnés dans le but de présenter à l'examineur un montage prêt à fonctionner.

Sécurité : manipuler la verrerie avec précaution.



Appeler l'examineur dès que ce montage est terminé.

Barème de notation du montage : / 20 pts

- 1) Conformité au schéma : 4 pts
- 2) Positionnement de l'ensemble : 5 pts.
- 3) Étanchéité: 3 pts
- 4) Sécurité : 6 pts
- 5) Ordre, méthode, aisance, logique, , et nettoyage : 2 pts

En fin de manipulation, ranger et nettoyer le poste de travail