

BACCALAURÉAT GENERAL

Épreuve Pratique de CHIMIE Évaluation des Compétences Expérimentales TP CH03 Analyse d'un système par des méthodes chimiques

ÉNONCÉ ET ÉVALUATION

NOM :

Prénom :

| ÉVALUATION | | | | |
|---------------|-----------------|---|---|---|
| Compétences | Niveaux validés | | | |
| | A | B | C | D |
| s'APProprier | | | | |
| ANALyser | | | | |
| RÉALiser | | | | |
| VALider | | | | |
| COMmuniquer | | | | |
| Note : | /20 | | | |

Ce sujet comporte des feuilles individuelles sur lesquelles le candidat doit consigner ses réponses.
Le candidat doit restituer ce document avant de sortir de la salle d'examen.

Le candidat doit agir en autonomie et faire preuve d'initiative tout au long de l'épreuve.
En cas de difficulté, le candidat peut solliciter l'examineur afin de lui permettre de continuer la tâche.
L'examineur peut intervenir à tout moment, s'il le juge utile.
L'utilisation de la calculatrice est autorisée.

CONTEXTE DU SUJET

L'allantoïne est un composé chimique d'origine naturelle - végétale ou animale. On la trouve en particulier dans l'urine de veau, la bave d'escargot ou les racines d'une plante vivace, la grande consoude. Connue pour ses propriétés adoucissantes, apaisantes et cicatrisantes, l'allantoïne est très utilisée dans les industries pharmaceutiques et cosmétologiques pour la fabrication de pommades ou de crèmes. Elle peut être obtenue par synthèse au laboratoire, en faisant réagir de l'urée et de l'acide glyoxylique.

Le but de cette épreuve est de contrôler la qualité d'un échantillon d'allantoïne brute obtenu après une synthèse effectuée au laboratoire. Pour cela, on évaluera le degré de pureté de l'échantillon, c'est-à-dire le pourcentage en masse d'allantoïne pure qu'il contient.

OBJECTIFS

Mettre en oeuvre le suivi pH-métrique d'un titrage ayant pour support une réaction acide-base.

Mettre en oeuvre le suivi conductimétrique d'un titrage.

Capacité numérique : Représenter, à l'aide d'un langage de programmation, l'évolution des quantités de matière des espèces en fonction du volume de solution titrante versé.

<https://www.f-legrand.fr/scidoc/docimg/sciphys/chimieanalyt/dosagepolyacide/dosagepolyacide.html>

DOCUMENTS MIS A DISPOSITION DU CANDIDAT

Matériel mis à disposition

- un ordinateur équipé d'un logiciel tableur-grapheur regresse
- une coupelle contenant 3 g environ d'allantoïne brute recouverte d'un film protecteur
- de l'eau chaude
- une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium à $0,50 \text{ mol.L}^{-1}$
- une pissette d'eau distillée
- des gants et des lunettes de sécurité
- un bécher de 250 mL haut
- trois béchers de 100 mL
- du papier absorbant
- une fiole jaugée de 50,0 mL avec un bouchon
- un agitateur magnétique
- un barreau aimanté
- une spatule
- une coupelle de pesée
- une burette graduée
- un pH-mètre étalonné + potence
- un conductimètre étalonné
- du papier Joseph
- un marqueur pour la verrerie
- un torchon ou une pince en bois pour manipuler la verrerie chaude
- un entonnoir
- un support pour électrode
- un thermomètre
- une balance de précision

Données sur l'allantoïne



L'allantoïne est un monoacide qui sera noté HA par la suite. Sa masse molaire moléculaire est $M = 158,12 \text{ g.mol}^{-1}$. Le titrage de l'allantoïne peut être réalisé par une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium ($\text{Na}^+(\text{aq}) + \text{HO}^-(\text{aq})$), selon l'équation support : $\text{HA}(\text{aq}) + \text{HO}^-(\text{aq}) \rightarrow \text{A}^-(\text{aq}) + \text{H}_2\text{O}(\ell)$
solubilité de l'allantoïne dans l'eau bouillante : 150 g.L^{-1} ;
solubilité de l'allantoïne dans l'eau à 75°C : 40 g.L^{-1} ;
solubilité de l'allantoïne dans l'eau froide : 5 g.L^{-1} ;
température de fusion de l'allantoïne : 230°C ;
 pK_a du couple acide-base de l'allantoïne : $pK_a (\text{AH} / \text{A}^-) = 8,48$.

TRAVAIL À EFFECTUER

1. Préparation du dispositif expérimental de titrage (20 minutes conseillées)

Préparer une solution aqueuse d'allantoïne de 50,0 mL par dissolution, dans de l'eau chaude, de 1,00 g d'allantoïne brute issue de la synthèse.

Préparer le dispositif expérimental permettant de mettre en oeuvre le titrage pHmétrique et conductimétrique de 50,0 mL d'une solution d'allantoïne par une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium de concentration $0,50 \text{ mol.L}^{-1}$.



| APPEL n°1 | | |
|---|--|---|
|  | Appeler le professeur pour lui présenter le dispositif expérimental avant de débiter le titrage ou en cas de difficulté |  |

2. Mise en œuvre du protocole de titrage (20 minutes conseillées)

Attendre que la température de la solution aqueuse d'allantoïne préparée soit égale à 40°C environ, puis commencer le titrage.

La valeur du volume équivalent est comprise entre 11,0 mL et 12,0 mL.

Tracer la courbe $pH = f(V)$ et la courbe $\sigma = f(V)$

| APPEL n°2 | | |
|---|--|---|
|  | Appeler le professeur pour lui présenter la courbe représentant le pH en fonction du volume de base ajouté ou en cas de difficulté |  |

3. Détermination du degré de pureté de l'allantoïne brute synthétisée (20 minutes conseillées)

3.1. Identifier des sources possibles d'incertitudes sur la valeur estimée du volume équivalent V_e , lors de la préparation de la solution et lors du dosage.

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

3.2. En considérant les incertitudes comme négligeables, le degré de pureté peut être liée au volume équivalent par la relation :



$$p = 7906 \cdot V_e \quad \text{avec le volume } V_e \text{ exprimé en litres}$$

À partir des résultats expérimentaux, estimer le degré de pureté en allantoïne du solide obtenu après la synthèse effectuée au laboratoire.

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

3.3. Quelle étape supplémentaire faudrait-il éventuellement mettre en œuvre avant de commercialiser l'allantoïne synthétisée au laboratoire ?

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

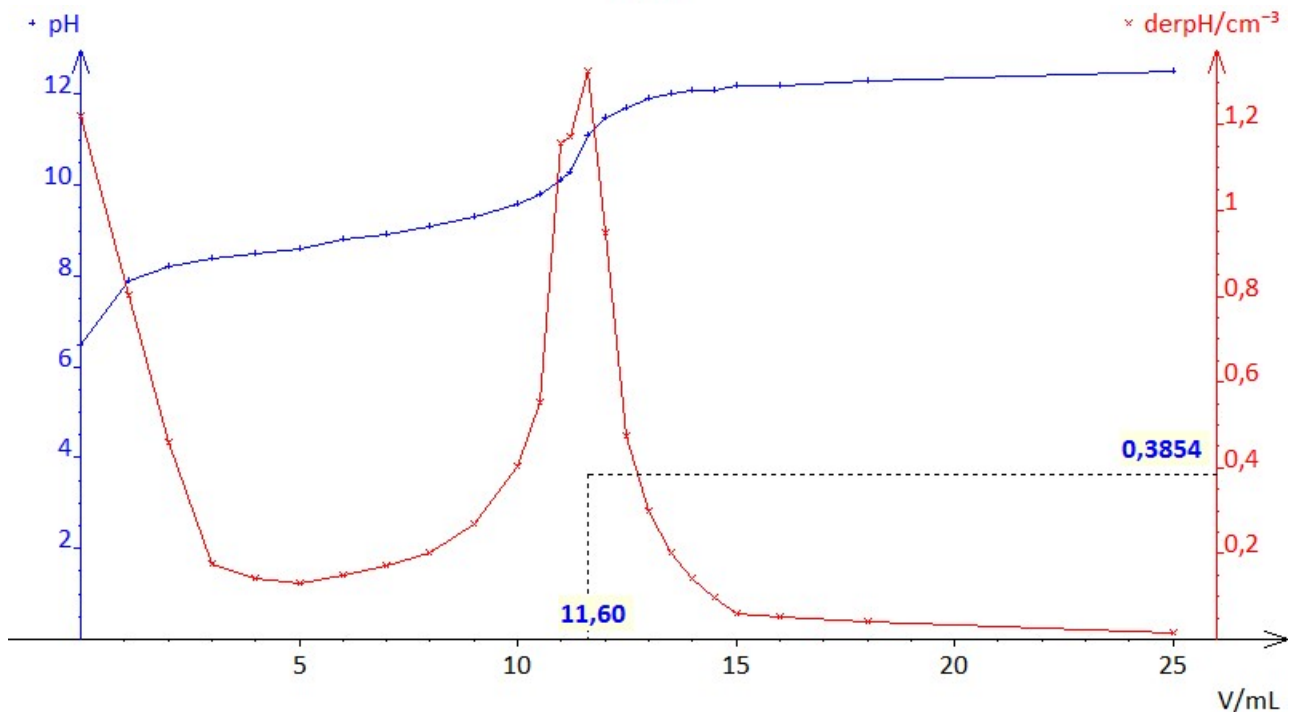
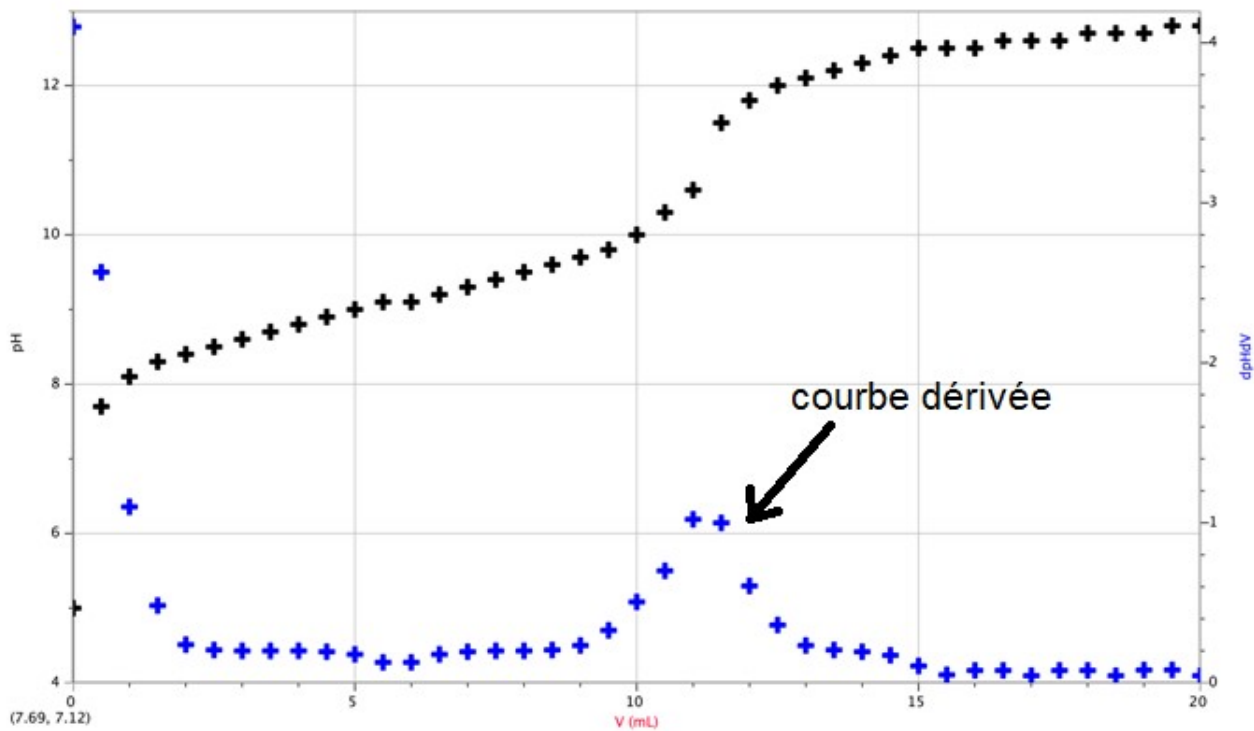
| APPEL FACULTATIF | | |
|---|--|---|
|  | Appeler le professeur en cas de difficulté |  |

4. Capacité numérique (30 minutes conseillées)

Représenter, à l'aide d'un langage de programmation python, l'évolution des quantités de matière des espèces en fonction du volume de solution titrante versé.

On pourra s'aider pour cela d'un programme pré-écrit fourni par l'enseignant.

Défaire le montage et ranger la pailasse avant de quitter la salle



Solution totale

Les incertitudes peuvent provenir :

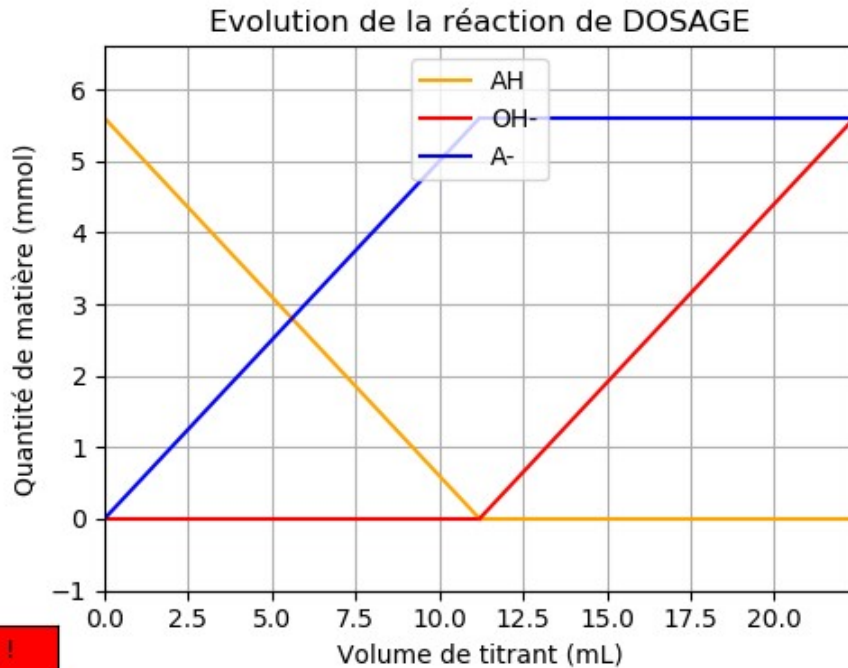
- des pertes de solution lors du transfert de la solution ou sur le bouchon ;
- d'une dissolution du solide qui n'est que partielle ;
- des pertes de solution par évaporation ;
- des erreurs de lecture des volumes lors du dosage ;
- d'une mauvaise détermination du volume équivalent.

On trouve par exemple $V_{\text{Hydroxyde de sodium}} = 11,2 \text{ mL}$

$$p = 7906 \times 11,2 \times 10^{-3} = 88 \%$$

Le solide contenant l'allantoïne n'est donc pas pur. Il faut donc compléter le protocole de synthèse avec une étape de **purification ou recristallisation**.

Programme python à modifier pour l'élève :



ECHELLES !

no(AH) mmol 5.60
co(OH-) mol/L 0.50

```
#!/usr/bin/env python
# -*- coding: utf-8 -*-
import matplotlib.pyplot as plt
from matplotlib.widgets import Slider, Button
# Déclaration des coefficients stochiométriques
cs_AH = 1
cs_OH = 1
cs_A = 1

# Initialisation des quantités de matières initiales (en mmol)
no_AH = 5.6
no_OH = 0.01
no_A = 0
# Initialisation de la concentration de titrant (en mmol/mL)
co_OH = 0.500
# Initialisation du volume à l'equivalencee (en mL)
Veq = 11.2

# -----
# Déclarations des fonctions
# -----

def volume_verse(V) :

# Listes liées aux courbes
courbe1.set_xdata(V)
courbe2.set_xdata(V)
courbe3.set_xdata(V)
courbe4.set_xdata(V)
courbe5.set_xdata(V)
```

```

courbe6.set_xdata(V)

courbe1.set_ydata(n_AH)
courbe2.set_ydata(n_OH)
courbe3.set_ydata(n_A)
courbe4.set_ydata(n_AHe)
courbe5.set_ydata(n_OHe)
courbe6.set_ydata(n_Ae)

# -----
# Corps du programme
# -----

# Création des listes
# Avant équivalence
V = [ 0, Veq]
n_AH = [ ( no_AH - co_OH*valeur) for valeur in V]
n_A = [ (co_OH*valeur) for valeur in V]
n_OH = [ ( co_OH*valeur-co_OH*valeur) for valeur in V]

# Après équivalence
VV = [ Veq, 2*Veq]
n_AHe = [ ( co_OH*valeur - co_OH*valeur) for valeur in VV]
n_Ae = [ (co_OH*11.2) for valeur in VV]
n_OHe = [ ( co_OH*valeur-co_OH*11.2) for valeur in VV]

# Création des courbes
fig, ax = plt.subplots() # NOUVEAU : on enregistre les références de la figure et du graphique
fig.subplots_adjust(left=0.25, bottom=0.25)
(courbe1,) = ax.plot(V, n_AH, label="AH", color='orange')
(courbe2,) = ax.plot(V, n_OH, label="OH-", color='red')
(courbe3,) = ax.plot(V, n_A, label="A-", color='blue')
(courbe4,) = ax.plot(VV, n_AHe, color='orange')
(courbe5,) = ax.plot(VV, n_OHe, color='red')
(courbe6,) = ax.plot(VV, n_Ae, color='blue')

# Réglages axes et grille
liste_des_n_max = [ max(n_AH)+1, max(n_OH)+1]
n_max = max(liste_des_n_max)
plt.xlabel("Volume de titrant (mL)")
plt.ylabel("Quantité de matière (mmol)")
plt.title("Evolution de la réaction de DOSAGE")
plt.legend(loc='upper center')
plt.axis([0,2*Veq,-1,n_max])
plt.grid()

# Création des Widgets
apparence_reactif_1 = plt.axes([0.25, 0.10, 0.65, 0.03], facecolor='grey')
w_reactif_1 = Slider(apparence_reactif_1, 'no(AH) mmol', 0.1, 10.0, valinit=5.6, valstep=0.1, color='orange')
apparence_reactif_2 = plt.axes([0.25, 0.05, 0.65, 0.03], facecolor='grey')
w_reactif_2 = Slider(apparence_reactif_2, 'co(OH-) mol/L', 0.1, 2.0, valinit=0.50, valstep=0.1, color='red')

# Création de l'image
nom_du_fichier = "courbes_avancement_"+str(no_AH)+str(co_OH)
plt.savefig(nom_du_fichier+".png")
# Affichage de l'interface
plt.show()

```

BACCALAURÉAT GENERAL

Épreuve Pratique de CHIMIE Évaluation des Compétences Expérimentales TP CH03 Analyse d'un système par des méthodes chimiques

ÉNONCÉ ET ÉVALUATION

NOM :

Prénom :

| ÉVALUATION | | | | |
|---------------|-----------------|---|---|---|
| Compétences | Niveaux validés | | | |
| | A | B | C | D |
| s'APProprier | | | | |
| ANALyser | | | | |
| RÉALiser | | | | |
| VALider | | | | |
| COMmuniquer | | | | |
| Note : | /20 | | | |

Ce sujet comporte des feuilles individuelles sur lesquelles le candidat doit consigner ses réponses.
Le candidat doit restituer ce document avant de sortir de la salle d'examen.

Le candidat doit agir en autonomie et faire preuve d'initiative tout au long de l'épreuve.
En cas de difficulté, le candidat peut solliciter l'examineur afin de lui permettre de continuer la tâche.
L'examineur peut intervenir à tout moment, s'il le juge utile.
L'utilisation de la calculatrice est autorisée.

CONTEXTE DU SUJET

Reproduction d'une étiquette d'une bouteille de vinaigre de vin blanc achetée dans le commerce.



Extrait du décret n° 88-1207 du 30 décembre 1988 : Une différence de pourcentage en acide de 0,2 en moins sur la valeur affichée peut être admise. Il n'y a pas de contrainte indiquée sur la valeur supérieure.

Le but de l'épreuve est de déterminer le pourcentage en acide d'un vinaigre et de le comparer à l'indication de l'étiquette : 6 %

DOCUMENTS MIS À DISPOSITION DU CANDIDAT

Document 1 : données

Le vinaigre est une solution aqueuse d'acide éthanóique (acétique).

Une solution d'acide éthanóique peut être titrée à l'aide d'une solution basique.

L'équation de titrage s'écrit : $CH_3COOH(aq) + HO^-(aq) \rightarrow CH_3COO^-(aq) + H_2O(l)$

Il est préférable que les concentrations molaires des solutions titrante et titrée soient du même ordre de grandeur.

Un vinaigre à $X\%$ a une concentration $C = \frac{X}{6} \text{ mol.L}^{-1}$

Le pKa du couple CH_3COOH/CH_3COO^- a pour valeur 4,8

Zone de virage de différents indicateurs colorés

| Indicateur coloré | Teinte acide | Zone de virage | Teinte basique |
|-------------------|--------------|----------------|----------------|
| Hélianthine | rouge | 3,1 - 4,4 | jaune |
| Rouge de Crésol | jaune | 7,2 - 8,1 | rouge |

Document 2 : liste du matériel disponible

- deux pipettes jaugées de 10 mL
- une pipette jaugée de 5 mL
- une éprouvette de 10 mL
- une éprouvette de 20 mL
- une fiole jaugée de 100 mL
- une poire à pipeter ou tout autre système
- un erlenmeyer de 100 mL
- deux béchers de 100 mL
- deux béchers de 50 mL
- une burette de 25 mL
- lunettes de protection
- une pissette d'eau distillée
- un flacon de 50 mL étiqueté « vinaigre à 6% » contenant le vinaigre
- un flacon de 50 mL contenant une solution d'hydroxyde de sodium ($Na^+(aq) + HO^-(aq)$) de concentration $0,10 \text{ mol.L}^{-1}$
- un flacon de 50 mL contenant une solution une solution d'acide chlorhydrique de concentration $0,10 \text{ mol.L}^{-1}$
- du papier filtre
- agitateur magnétique et turbulent
- pH-mètre et conductimètre étalonnés

Document 3 :

On note $U(A)$ l'incertitude sur la mesure de A

L'incertitude relative a pour expression : $\frac{U(A)}{A}$

Dans la situation étudiée, la valeur de A est comprise dans l'intervalle $[A - U(A), A + U(A)]$ avec un taux de confiance de 95 %

TRAVAIL À EFFECTUER

1. Élaboration d'un protocole (20 min conseillées).

Proposer **les différentes étapes** d'un protocole permettant de déterminer le pourcentage en acide du vinaigre fourni à partir du matériel et des produits mis à disposition. Le raisonnement doit être explicite. La réponse peut comporter un schéma.

.....



.....

.....

.....

.....

.....



| APPEL n°1 | | |
|---|---|---|
|  | Appeler le professeur pour lui présenter le dispositif expérimental avant de débiter le titrage ou en cas de difficulté |  |

2. Mise en œuvre du protocole proposé (30 min conseillées).

Mettre en œuvre le protocole proposé.

3. Exploitation des résultats obtenus (10 minutes conseillées).

- Faire les calculs permettant de déterminer le pourcentage en acide du vinaigre et de le comparer avec l'indication de l'étiquette.
- On peut estimer que l'incertitude relative sur la valeur trouvée est de **2 %** avec un taux de confiance de 95%.
- Quelles peuvent être les sources d'erreurs à l'origine de cette incertitude ?
- Donner un encadrement de la valeur trouvée.
- L'encadrement trouvé est-il compatible avec la valeur indiquée sur l'étiquette, compte-tenu de la législation ?

| APPEL n°1 | | |
|---|---|---|
|  | Appeler le professeur pour lui présenter le dispositif expérimental avant de débiter le titrage ou en cas de difficulté |  |

Défaire le montage et ranger la pailasse avant de quitter la salle.



1. Élaboration d'un protocole (20 min conseillées).

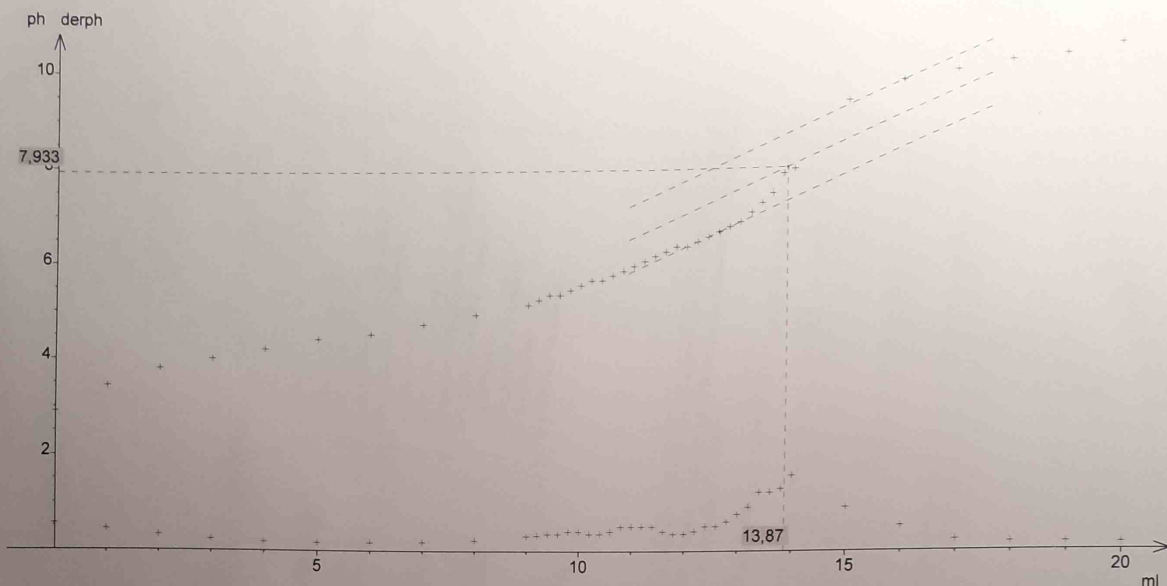
Proposer **les différentes étapes** d'un protocole permettant de déterminer le pourcentage en acide du vinaigre fourni à partir du matériel et des produits mis à disposition. Le raisonnement doit être explicite. La réponse peut comporter un schéma.

Réactif titré : le diluer en prélevant 10,0 mL de vinaigre 6% (pipette jaugée), les introduire dans une fiole jaugée de 100,0ML, compléter avec de l'eau et homogénéiser. Prélever 10,0 mL de cette solution (pipette jaugée) et les placer dans un bécher, installer la sonde pHmétrique, ajouter de l'eau distillée au besoin.

Réactif titrant : soude dans la burette.

Verser le titrant tous les 0,5 mL jusqu'à 9,0 mL puis tous les 0,2 mL jusqu'à obtenir un pH de 10,0.

00.10.2021
derph=d(ph)/d(ml)



A l'équivalence $\frac{n(AH)}{1} = \frac{n(OH^-)}{1}$

$$C_A = \frac{C_B \cdot V_E}{V_A} = \frac{0,10 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} \cdot 13,9 \text{ mL}}{10,0 \text{ mL}} = 1,4 \cdot 10^{-1} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$$

solution mère de vinaigre diluée 10 fois:

$$C_0 = 10 \cdot C_A = 1,4 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$$

pourcentage du vinaigre : $x = 6 \cdot C_0 = 6 \cdot 1,4 = 7,8\%$

Erreur de 2% : $0,02 \cdot 7,8 = 0,16\%$

$$x = (7,8 \pm 0,2)\% \text{ ou } 7,6 \leq x \leq 8,0\%$$