Travaux pratiques de chimie

Oral

PC

CONCOURS CENTRALE•SUPÉLEC

Savoir-faire évalué

Avant l'épreuve, quelques explications sont données sur le déroulement du TP, sur le matériel et les consignes de sécurité.

Savoir écouter, assimiler : s'approprier le matériel mis à disposition et assimiler les consignes.

Le compte-rendu doit être complet pour se suffire à lui-même : objectifs, description des expériences et conditions expérimentales non décrites dans l'énoncé, mesures brutes, observations, traitement des résultats (courbes), interprétation. Sa présentation doit être soignée. Une synthèse critique est attendue en guise de conclusion.

Rendre compte de façon écrite.

La durée de l'épreuve est de 3 heures, hors tirage au sort et contrôle d'identité.

L'épreuve comporte trois appels à l'examinateur qui permettront d'engager un échange. Avant l'appel il est recommandé de préparer les questions qui doivent être exposées à l'oral. Il est inutile ensuite d'en reporter les réponses sur le compte-rendu.

Rendre compte de façon orale.

Aucune détermination d'incertitude n'est à fournir sauf si elle est demandée dans l'énoncé.

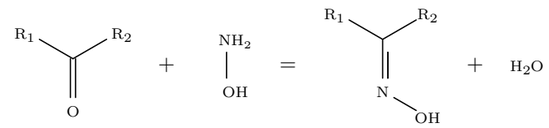
Le port d'une blouse, de lunettes de protection, de chaussures fermées est obligatoire durant les manipulations. Le port des gants est laissé à l'appréciation des candidats.

1 Introduction

L'objectif de ce travail est de réaliser la synthèse de la cyclohexanone oxime et d'utiliser la réaction de synthèse d'une oxime pour déterminer la concentration d'une solution de propanone.

La réaction de l'hydroxylamine NH_2OH sur les dérivés carbonylés conduit à une oxime. L'équation de la réaction correspondante est

Savoir écouter, assimiler.



Le chlorure d'hydroxylammonium NH_3OHCl, choisi pour des raisons de stabilité chimique, peut également réagir d'une manière similaire pour produire une oxime. **La réaction est exothermique**.

Les oximes sont des intermédiaires de synthèse permettant notamment de préparer un nitrile à partir d'un aldéhyde ou un amide à partir d'une cétone à l'aide d'un réarrangement de Beckmann.

2 Préparation de la cyclohexanone oxime

La cyclohexanone oxime est un intermédiaire dans la synthèse du nylon 6. Le chauffage de la cyclohexanone oxime en catalyse acide conduit au caprolactame susceptible de se polymériser en nylon 6 avec N_2 vers 450°C. Le nylon 6 est notamment utilisé pour fabriquer du fil chirurgical, des soies de brosse à dents ou des cordes de guitare.

On dispose des produits suivants :

- cyclohexanone ;
- chlorure d'hydroxylammonium ;
- ethanoate de sodium ;
- eau.

BY-NC-SA

15 mai 2013 09:22
BY-NC-SA
PC-TPch-2012-01

Envisager un mode opératoire permettant la synthèse de la cyclohexanone oxime en précisant le rôle de chaque composé et le montage à utiliser.

Appeler l'examinateur

Proposer à l'examinateur un protocole expérimental permettant de synthétiser la cyclohexanone oxime et préciser le rôle de chaque composé.

Réaliser la synthèse de façon à obtenir une masse théorique de 3 g de cyclohexanone oxime.

Récupérer le produit obtenu après **filtration sous vide** et rincer à l'eau glacée puis à l'heptane (< 10 mL). Sécher ensuite le produit recueilli dans un dessiccateur chauffant pendant au moins 30 minutes (demander de l'aide au technicien). Puis, déterminer la **température de fusion** du produit.

Justifier à l'écrit le choix de l'eau glacée et de l'heptane comme solvant de rinçage.

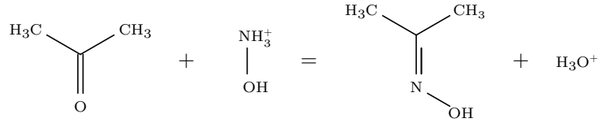
Déterminer le rendement de la réaction de synthèse de la cyclohexanone oxime en indiquant clairement les différentes étapes de calcul

Discuter de la pureté de votre produit.

3 Dosage d'une cétone

La réaction de formation de l'oxime, décrite dans la première partie, sera mise à profit pour doser une solution aqueuse de propanone.

L'équation de la réaction entre la propanone et le chlorure d'hydroxylammonium est



On considérera que les oximes ne présentent pas de propriétés acido-basiques dans les conditions de l'expérience. Prévoir l'allure de la courbe attendue pour le dosage de votre mélange en fin de réaction.

Appeler l'examinateur

Proposer à l'examinateur l'allure de la courbe de dosage attendue.

On dispose d'un pH-mètre avec une électrode en verre combinée, de chlorure d'hydroxylammonium en poudre et d'une solution aqueuse de soude dont le titre exact est **inconnu**. Introduire, dans un bécher, une quantité précise de chlorure d'hydroxylammonium (de l'ordre de 0,350 g). Ajouter 20 mL de la solution aqueuse de propanone. Agiter pendant 15 minutes.

Effectuer le dosage pH-métrique du mélange avec la solution de soude fournie.

Annotez et interprétez votre courbe en considérant que les oximes n'ont pas de propriétés acido-basiques.

BY-NC-SA

Proposer ou justifier un protocole, identifier les paramètres pertinents

Rendre compte de façon orale. Écouter, assimiler : assimiler les conditions imposées par l'examinateur $n(NH_3OHCl) = 1{,}4\,n(\text{cyclohexanone})$, $n(NaCH_3CO_2) = 1{,}4\,n(NH_3OHCl)$, 20 mL d'eau (solvant), léger chauffage (40 à 50°C).

Réaliser le montage et le dispositif correspondant au protocole. Mettre en œuvre le dispositif expérimental conformément au protocole. Observer et décrire les phénomènes : reporter sur le compte-rendu la formation d'un solide.

Réaliser le montage et le dispositif correspondant au protocole : montage d'un filtre büchner associé à une pompe à vide. *Mettre en œuvre le dispositif expérimental conformément au protocole. Définir les conditions d'utilisation des instruments de mesure, réaliser et régler les dispositifs expérimentaux dans les conditions de précision correspondant au protocole* : étalonner le banc Koffler.

Proposer ou justifier un protocole, analyser les paramètres déterminants.

Élaborer, choisir et utiliser un modèle adapté. Confronter un modèle à des résultats expérimentaux : commenter la valeur du rendement.

Confronter un modèle à des résultats expérimentaux : comparer la température de fusion obtenue avec celle de la littérature. *Analyser l'ensemble des résultats de façon critique et faire des propositions pour améliorer la démarche ou le modèle* : compte tenu de la pureté, proposer d'effectuer une éventuelle recristallisation du solide.

Élaborer, choisir et utiliser un modèle adapté : prévoir que la propanone, destinée à être dosée, doit être le réactif en défaut et en déduire l'allure de la courbe de titrage associée. *Rendre compte de façon orale.*

Mettre en œuvre le dispositif expérimental conformément au protocole : cette expérience étant un dosage, reporter la masse exacte de chlorure d'hydroxylammonium pesée et prélever les 20 mL de solution de propanone à la pipette jaugée.

Définir les conditions d'utilisation des instruments de mesure, réaliser et régler les dispositifs expérimentaux dans les conditions de précision correspondant au protocole : étalonner le pH-mètre à l'aide de tampons et d'une notice ou vérifier l'étalonnage ou demander au technicien si le pH-mètre est étalonné ; modifier l'incrément de volume lors du titrage en fonction de la variation du pH pour déterminer précisément les volumes équivalents. *Rendre compte de façon écrite* : tracer la courbe de titrage.

Extraire des informations des données expérimentales et les représenter : volumes équivalents, pH à la deuxième demi-équivalence. *Élaborer, choisir et utiliser un modèle adapté.*

15 mai 2013 09:22
BY-NC-SA
PC-TPch-2012-01

Appeler l'examinateur

Proposer à l'examinateur l'interprétation de la courbe de titrage. La courbe est-elle en accord avec le modèle proposé précédemment ?

Estimer l'incertitude sur le volume de solution aqueuse de propanone prélevé.

Déterminer les concentrations exactes des solutions aqueuses fournies de propanone et de soude.

4 Rapport

Répondre d'une façon concise et précise aux différentes questions posées. La qualité du rapport est prise en considération.

Une synthèse critique est attendue en guise de conclusion.

5 Annexe

NH3OHCl	Masse molaire : 69,5 $g \cdot mol^{-1}$ $pK_a(NH_3OH^+/NH_2OH) = 6{,}0$
Cyclohexanone	Masse molaire : 98,1 $g \cdot mol^{-1}$ Masse volumique (25°C) : 0,94 $kg \cdot L^{-1}$
Cyclohexanone oxime	Masse molaire : 113 $g \cdot mol^{-1}$ Température de fusion : 89°C

Confronter un modèle à des résultats expérimentaux. Rendre compte de façon orale.

Estimer l'incertitude d'une mesure ou d'une série de mesure : reporter l'incertitude inscrite sur la pipette jaugée utilisée.

Élaborer, choisir et utiliser un modèle adapté.

Rendre compte de façon écrite.

Analyser l'ensemble des résultats de façon critique et faire des propositions pour améliorer la démarche ou le modèle.

BY-NC-SA

15 mai 2013 09:22
BY-NC-SA
PC-TPch-2012-01