XXVIIIes Olympiades Nationales de la Chimie 2012

Thème : "Chimie et eau"

Olympiades Nationales de la Chimie

EPREUVE PRATIQUE PROTOCOLE

Durée de l'épreuve : 3h30

Le document comporte 7 pages.

NOTES IMPORTANTES

- ***Les candidats sont totalement responsables de la gestion du temps, de l'organisation de leur travail et de l'utilisation des données fournies en annexe, en fin de document.***
- ***Une « feuille de marche » est fournie. Elle sera remplie au fur et à mesure de l'avancée du travail et comportera toutes les réponses relatives à la partie expérimentale.***
- ***L'évaluation portera sur la qualité des gestes expérimentaux, la compréhension des principes et phénomènes, le rendement de la synthèse et de la purification, la qualité du produit obtenu et la précision du travail.***

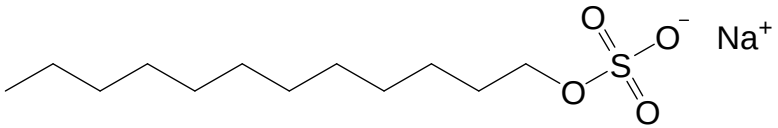
TOUT MANQUEMENT AUX REGLES DE SECURITE SERA SEVEREMENT SANCTIONNE

L'épreuve est composée de deux manipulations totalement indépendantes.

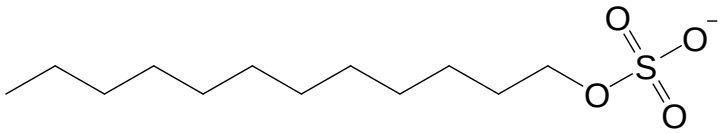
PARTIE 1 – DETERMINATION DE LA CONCENTRATION MICELLAIRE CRITIQUE (CMC) DU DODECYLSULFATE DE SODIUM

Principe de la manipulation

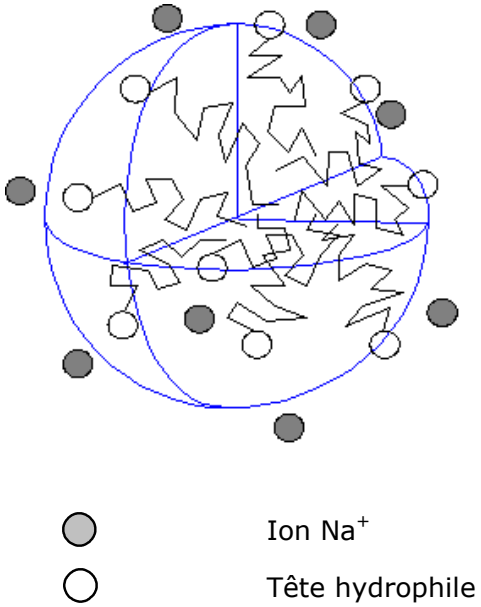
Le dodécylsulfate de sodium (noté en abrégé **SDS** dans la littérature anglo-saxonne où son nom est Sodium Dodecyl Sulphate) est un tensioactif ionique que l'on trouve dans les shampooings.



L'anion dodécylsulfate présente la particularité de posséder une tête hydrophile et une chaîne carbonée hydrophobe.



En solution aqueuse, ces ions peuvent s'organiser en donnant des agrégats microscopiques nommés micelles. On envisage ici la formation de micelles sphériques : le cœur de la micelle est constitué des parties hydrophobes de l'ion dodécylsulfate ; les têtes polaires de cet ion, ainsi que des contre-ions Na^+, se trouvent à sa surface.



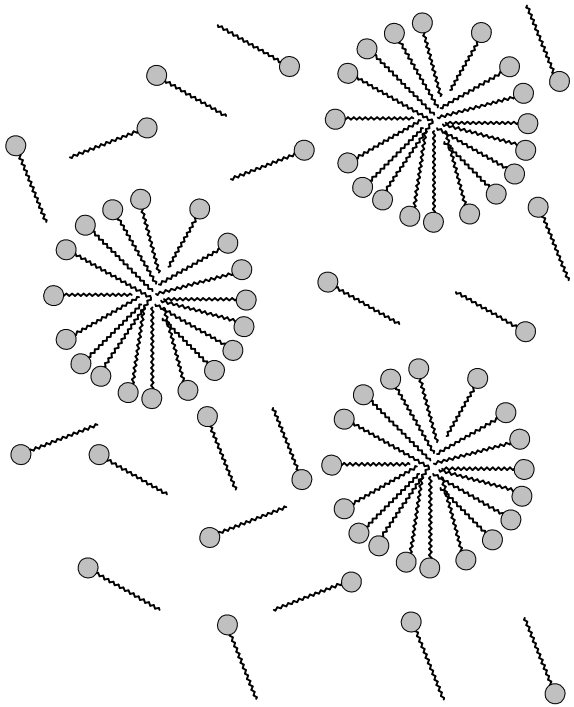
Au niveau microscopique, une micelle est caractérisée par :

- Le nombre N d'entités $C_{12}H_{25}\text{-}OSO_3^-$ qu'elle contient.
- Le nombre d'ions Na^+ présents en surface. Ce nombre est noté $\beta \times N$ avec $\beta < 1$. La micelle porte donc une charge négative.

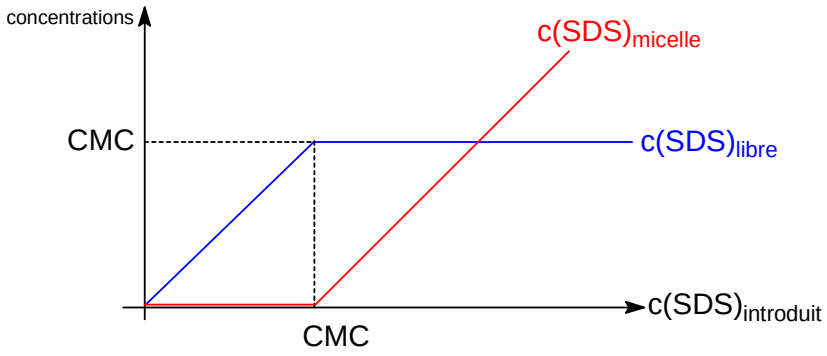
Les micelles ne se forment que si la concentration en tensioactif introduit $C(SDS)_{introduit}$ est supérieure à une valeur limite appelée concentration micellaire crique (CMC). On distingue deux situations :

- *Première situation :* La concentration en tensioactif introduit $C(SDS)_{introduit}$ est inférieure à la concentration micellaire critique : les ions $C_{12}H_{25}\text{-}OSO_3^-$ sont libres et leur concentration $C(SDS)_{libre}$ est égale à la concentration introduite.

- *Deuxième situation :* La concentration en tensioactif introduit est supérieure à la concentration micellaire critique : des micelles se forment. La concentration $C(SDS)_{libre}$ des ions $C_{12}H_{25}$-OSO_3^- libres est égale à la concentration micellaire critique.



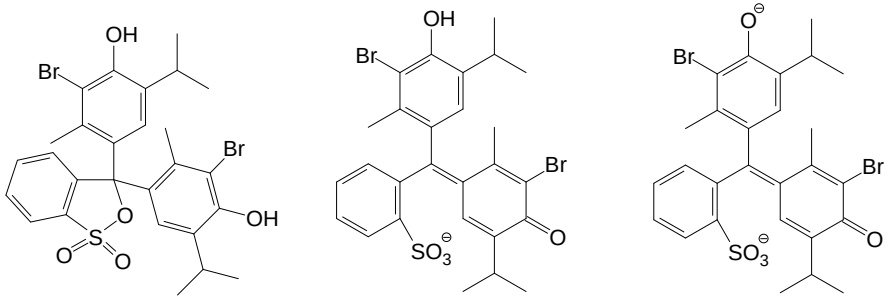
La figure suivante résume l'évolution des concentrations des espèces en présence en fonction de la concentration en tensioactif introduit :



$C(SDS)_{micelle}$ désigne la concentration molaire des ions $C_{12}H_{25}$-OSO_3^- participant aux micelles.

La détermination de la CMC peut être réalisée en utilisant les interactions entre les micelles et un indicateur coloré.

Dans le cadre de cette manipulation, l'indicateur coloré choisi est le bleu de bromothymol (BBT), qui existe sous la forme de trois espèces acido-basiques :

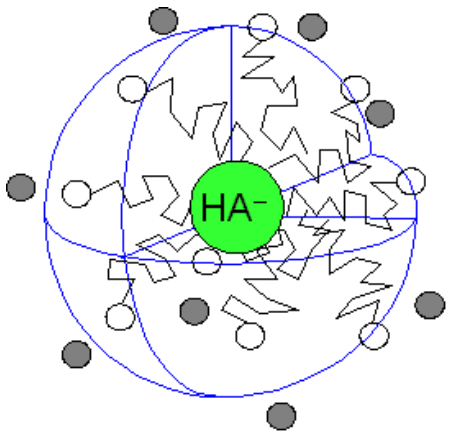


Bleu de bromothymol, forme AH_2 | Bleu de bromothymol, forme AH^- | Bleu de bromothymol, forme A^{2-}

Association entre le BBT et les micelles :

Dans une solution contenant du BBT sous la forme du couple AH^- / A^{2-}, seul HA^- interagit avec les micelles.

En effet, les interactions répulsives de A^{2-} avec la micelle chargée négativement sont trop défavorables.



On utilise le changement de couleur consécutif à la formation de l'entité représentée ci-dessus pour détecter la formation des micelles.

Mode opératoire

On dispose :

- d'une solution tampon à pH = 7,3
- d'une solution de bleu de bromothymol (BBT) à $C_{BBT} = 4{,}83 \times 10^{-4}$ mol.L^{-1} réalisée dans la solution tampon à pH = 7,3
- d'une solution de SDS à $C_{SDS} = 5{,}0 \times 10^{-3}$ mol.L^{-1} réalisée dans la solution tampon à pH = 7,3

1. Réaliser la gamme suivante de solutions dans des fioles de 50 mL :

N°	1	2	3	4	5	6	7
Volume de solution de BBT (mL)	5 mL à prélever à la pipette jaugée						
Volume de solution de SDS (mL)	0	4	8	10	15	20	25
Volume de solution tampon	quantité nécessaire pour compléter au trait de jauge						

Consignes :

- Le volume de solution de SDS sera prélevé à la burette graduée.
- Si de la mousse se forme lors du remplissage de la burette, l'aspirer à l'aide d'une pipette Pasteur.
- Pour éviter la formation de mousse dans la fiole, celle-ci sera tenue inclinée en-dessous de la burette et on fera couler lentement la solution le long de la paroi.

2. Remplir les cuves adaptées au spectrophotomètre avec les solutions préparées et les regrouper dans un portoir.
   Mesurer l'absorbance de la solution S_1 à la longueur d'onde λ = 610 nm.
   L'absorbance des autres solutions sera mesurée par le responsable de salle.

PARTIE 2 – SYNTHESE DE L'ACETATE D'ISOAMYLE

Présentation

Les esters, d'origine naturelle ou synthétique, sont des composés très communs. Ceux de faibles masses molaires moléculaires (< 300 $g.mol^{-1}$) contribuent à l'odeur ou à l'arôme de nombreux fruits ou fleurs et certains sont utilisés comme solvants. Le groupe des triglycérides (triesters du glycérol et d'acides gras) se distingue parmi ceux de masses molaires moléculaires moyennes (300 - 1000 $g.mol^{-1}$), tandis que les polyesters macro-moléculaires d'origine synthétique (polytéréphtalates d'éthylène, polyacrylates, …), de masses molaires moléculaires très élevées (10 000 - 200 000 $g.mol^{-1}$) constituent les premiers pourvoyeurs de fibres synthétiques.

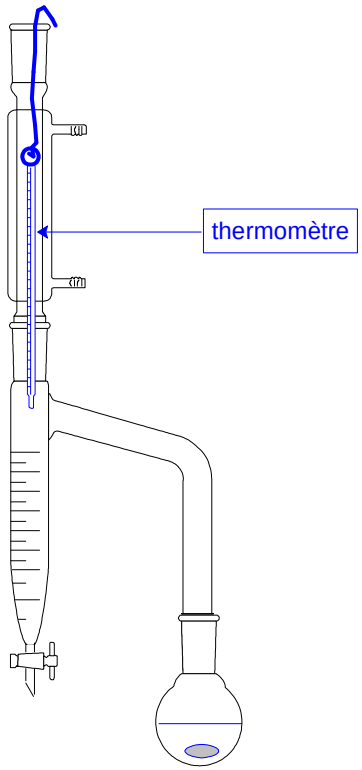
L'estérification est une réaction équilibrée. Par exemple, à 25 °C, la constante d'équilibre associée à la réaction entre un acide carboxylique linéaire saturé et un alcool primaire saturé est d'environ 4 et elle dépend très peu de la température.

Dès que l'on souhaite obtenir une conversion totale de l'un ou des deux réactifs, il est donc indispensable de procéder à un déplacement de l'équilibre, sauf à choisir d'employer un dérivé activé de l'acide, comme un anhydride d'acide, avec lequel la réaction est complète.

Le mode opératoire qui vous est proposé pour synthétiser l'acétate d'isoamyle (acétate de 3-méthylbutyle ou éthanoate de 3-méthylbutyle), ester à l'odeur de banane, utilise le déplacement d'équilibre pour réaliser une conversion totale de l'alcool isoamylique (3-méthylbutan-1-ol).

Le suivi de l'avancement d'une telle réaction peut se faire en mesurant soit la quantité consommée d'un réactif, soit la quantité d'un produit formé.

Lors de la synthèse de l'acétate d'isoamyle, l'un des produits de la réaction est l'eau. Pour évaluer la quantité d'eau formée au cours du temps, il faut l'extraire du milieu réactionnel au fur et à mesure de sa formation. L'eau est facilement isolable du reste du mélange grâce à un appareil de Dean-Stark dont voici le principe de fonctionnement.



Au cours de la réaction, le mélange est porté au reflux. Les vapeurs d'eau et de solvant montent jusqu'à un réfrigérant à eau

où elles se condensent. Celui-ci n'étant pas à la verticale du ballon où se déroule la réaction, mais au-dessus d'un collecteur, le condensat est séparé du mélange réactionnel. Le collecteur est muni d'un robinet afin de pouvoir être vidé en cours de réaction.

Le solvant de la réaction est le cyclohexane. Celui-ci présente l'avantage de former un hétéroazéotrope avec l'eau, c'est à dire qu'un mélange des deux liquides non miscibles bout à une température fixe en émettant une vapeur mixte de composition fixe. La température d'ébullition de cet hétéroazéotrope est 69,8 °C. Sa composition massique est de 8,5 % d'eau pour 91,5 % de cyclohexane.

Par ailleurs, le cyclohexane forme avec l'acide acétique (l'un des réactifs de la synthèse) un azéotrope (similaire à un hétéroazéotrope mais entre deux liquides miscibles) qui bout à 79,7 °C. Sa composition massique est de 2 % d'acide acétique pour 98 % de cyclohexane. Une partie de l'acide acétique initialement introduit risque donc également d'être distillée en cas de chauffage trop important.

Mode opératoire

3. Introduire les réactifs prépesés dans un ballon monocol de 100 mL à col large dans l'ordre suivant :
    - acide paratoluènesulfonique (APTS) (3,80 g)
    - alcool isoamylique (17,63 g)
    - acide acétique (14,24 g).

    Rincer les piluliers ayant contenu l'alcool et l'acide avec 2,5 mL de cyclohexane chacun.

4. Réaliser le montage présenté ci-avant en présence d'un membre du jury. ***Demander au membre du jury de mettre le thermomètre en place.***

5. Remplir à ras bord le collecteur de l'appareil de Dean-Stark avec du cyclohexane, en l'introduisant par le haut du réfrigérant. Noter sur la feuille de marche le volume total de cyclohexane introduit.

6. Porter au reflux en maintenant un débit de distillat régulier de 2 gouttes par seconde.
    Déclencher le chronomètre au début du reflux.

7. Noter toutes les cinq minutes :
    - le niveau de l'interface entre les deux phases du collecteur, à l'aide d'un feutre adapté pour écrire sur le verre ;
    - l'aspect du liquide dans la partie supérieure du collecteur ;
    - la température à la base du réfrigérant.

    Remplir le tableau correspondant de la feuille de marche.

8. Quand le niveau de l'interface devient constant, recueillir séquentiellement l'eau présente dans le collecteur de l'appareil de Dean-Stark dans une éprouvette graduée de 10 mL, de manière à déterminer les volumes d'eau formée à t = 5 min, t = 10 min, ...
    Remplir le tableau correspondant de la feuille de marche.

9. Recueillir le cyclohexane présent dans le collecteur de l'appareil de Dean-Stark dans une éprouvette graduée de 25 mL, puis continuer le chauffage jusqu'à cessation de la distillation du cyclohexane. Ajouter cette quantité de cyclohexane à la précédente.
    Noter le volume final de cyclohexane obtenu.

10. Refroidir le ballon avec un bain d'eau froide.

11. Transvaser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter et rincer le ballon avec deux fois 5 mL d'éther diéthylique.

12. Laver la phase organique avec 5 mL d'eau.

13. Laver la phase organique avec 1 fois 5 mL de solution aqueuse saturée d'hydrogénocarbonate de potassium ($KHCO_3$). Contrôler le pH de la phase aqueuse décantée. Si nécessaire (pH < 7), faire un deuxième lavage avec 5 mL de cette solution.

14. Laver la phase organique avec 2 mL de solution aqueuse saturée de chlorure de sodium et la recueillir dans un erlenmeyer.

15. Sécher la phase organique sur sulfate de magnésium anhydre.
    Filtrer sur coton de verre en recueillant le filtrat dans un ballon rodé de 100 mL préalablement pesé. Rincer le solide avec un minimum d'éther diéthylique.

16. ***Demander au membre du jury d'éliminer l'éther diéthylique à l'évaporateur rotatif, sous pression réduite, le bain-marie étant à température ambiante.***
    Peser le produit brut obtenu.
    En prévision de l'analyse par CCM, prélever une goutte de ce produit brut et la placer dans un tube à hémolyse contenant 2 mL d'éther diéthylique. Boucher le tube.

17. Distiller le produit brut dans un ballon de 50 mL : recueillir une éventuelle fraction de tête, puis la fraction bouillant au-dessus de 130 °C.
    Noter la température du palier d'ébullition.
    Placer le produit purifié dans un pilulier propre et sec préalablement pesé et mesurer sa masse.

18. *Caractérisation par CCM :*
    L'éluant est un mélange cyclohexane/acétate d'éthyle : 80/20.
    On dispose des échantillons suivants :
    - Alcool isoamylique commercial en solution à 1 % dans l'éther diéthylique
    - Acétate d'isoamyle commercial à 1 % dans l'éther diéthylique

    Réaliser une solution du produit purifié en plaçant une goutte dans un tube à hémolyse contenant 2 mL d'éther diéthylique.

    Réaliser 4 dépôts sur la plaque CCM :
    - Un dépôt de solution d'alcool isoamylique commercial
    - Un dépôt de solution d'acétate d'isoamyle commercial
    - Un dépôt de solution du produit brut
    - Un dépôt de solution du produit purifié

    Révéler le chromatogramme avec une solution de permanganate de potassium à 0,1 $mol.L^{-1}$, sous la hotte.

FIN DU DOCUMENT

DONNEES DE SECURITE RELATIVES AUX REACTIFS ET AUX PRODUITS

Solution de bleu de bromothymol (BBT) à $4,83 \cdot 10^{-4}$ mol $.L^{-1}$	**S 24/25** – Eviter le contact avec la peau et les yeux.
Dodécylsufate de sodium (SDS) solide	**R 20/22** – Nocif par inhalation et ingestion, **R 36/37/38** – Irritant pour la peau, les yeux et les voies respiratoires, **R 42** – Peut entraîner une sensibilisation par inhalation, **S 22 –** Ne pas respirer les poussières, **S 26** – En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste.
Solution de dodécylsulfate de sodium (SDS) à $5 .10^{-3}$ mol $.L^{-1}$	**R 22** – Nocif par ingestion, **R 36/38 –** Irritant pour la peau et pour les yeux, **S 26** – En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste.
Acide paratoluènesulfonique (APTS) solide	**R 36/37/38** – Irritant pour la peau, les yeux et les voies respiratoires, **S 26** – En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste, **S 37** – Porter des gants appropriés.
Acide éthanoïque (acide acétique) glacial	**R 10** – Inflammable, **R 35** – Provoque de graves brûlures, **S 23** – Ne pas respirer les vapeurs, **S 26** – En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste.
3-méthylbutan-1-ol (alcool isoamylique)	**R 10** – Inflammable, **R 20** – Toxique par inhalation, **S 24** – Eviter le contact avec la peau, **S 25** – Eviter le contact avec les yeux.
Ethanoate de 3-méthylbutyle	**R 10** – Inflammable, **R 66** – L'exposition répétée peut provoquer dessèchement ou gerçures sur la peau, **S 23** – Ne pas respirer les vapeurs, **S 25** – Eviter le contact avec les yeux.
Cyclohexane	**R 11** – Facilement inflammable, **R 38** – Irritant pour la peau, **R 65** – Nocif : peut provoquer une atteinte des poumons en cas d'ingestion, **R 67** – L'inhalation de vapeurs peut provoquer somnolence et vertiges, **R 50/53** – Très toxique pour les organismes aquatiques, peut entraîner des effets néfastes à long terme pour l'environnement, **S 9** – Conserver le récipient dans un endroit bien ventilé, **S 16** – Conserver à l'écart de toute flamme ou source d'étincelles. Ne pas fumer,

	S 25 – Eviter le contact avec les yeux, **S 33** – Eviter l'accumulation de charges électrostatiques, **S 60** – Eliminer le produit comme un déchet dangereux, **S 61** – Eviter le rejet dans l'environnement, **S 62** – En cas d'ingestion ne pas faire vomir.
Ether diéthylique	**R 12** – Extrêmement inflammable, **R 19** – Peut former des peroxydes explosifs, **R 66** – L'exposition répétée peut provoquer dessèchement ou gerçures sur la peau, **R 67** – L'inhalation de vapeurs peut provoquer somnolence et vertiges, **S 9** – Conserver le récipient dans un endroit bien ventilé, **S 16** – Conserver à l'écart de toute flamme ou source d'étincelles. Ne pas fumer, **S 29** – Ne pas jeter les résidus à l'égout, **S 33** – Eviter l'accumulation de charges électrostatiques.
Acétate d'éthyle	**R 11** – Facilement inflammable, **R 36** – Irritant pour les yeux, **R 66** – L'exposition répétée peut provoquer dessèchement ou gerçures sur la peau, **R 67** – L'inhalation de vapeurs peut provoquer somnolence et vertiges, **S 16** – Conserver à l'écart de toute flamme ou source d'étincelles. Ne pas fumer, **S 26** – En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste, **S 33** – Eviter l'accumulation de charges électrostatiques.
Solution d'hydrogénocarbonate de potassium saturée	Pas de risque en utilisation normale. Eviter le contact avec les yeux.
Solution de chlorure de sodium saturée	Pas de risque en utilisation normale. Eviter le contact avec la peau et les yeux.
Sulfate de magnésium anhydre	**S 22 –** Ne pas respirer les poussières, **S 24/25** – Eviter le contact avec la peau et les yeux
Solution de permanganate de potassium à 0,1 $mol.L^{-1}$	**R 8** – Favorise l'inflammation des matières combustibles, **R 22 –** Nocif par ingestion, **R 50/53** – Très toxique pour les organismes aquatiques, peut entraîner des effets néfastes à long terme pour l'environnement aquatique, **S 60** – Eliminer le produit comme un déchet dangereux, **S 61** – Eviter le rejet dans l'environnement.

DONNEES NUMERIQUES

	Masse molaire M / $g.mol^{-1}$	Masse volumique ρ / $g.mL^{-1}$	Température d'ébullition T_{eb} / °C à pression atmosphérique
Cyclohexane	84,2	0,781	80 – 81 °C
Ether diéthylique	74,1	0,714	35 °C
Acide éthanoïque glacial	60,0	1,050	118 °C
3-méthylbutan-1-ol (alcool isoamylique)	88,2	0,809	131 °C
Ethanoate de 3-méthylbutyle	130,2	0,875	142 °C
Acide paratoluènesulfonique (APTS) solide, monohydraté	190,2		
eau	18,0	1,0	100 °C

DONNEES DE SOLUBILITE

	Solubilité dans l'eau	Solubilité dans le cyclohexane	Solubilité dans l'éther
Cyclohexane	Insoluble		Miscible en toutes proportions
Ether diéthylique	Peu soluble	Miscible en toutes proportions	
Acide éthanoïque glacial	Miscible en toutes proportions	Très soluble	Très soluble
3-méthylbutan-1-ol (alcool isoamylique)	Faiblement soluble	Soluble	Très soluble
Ethanoate de 3-méthylbutyle	Très peu soluble	Très soluble	Très soluble
Acide paratoluènesulfonique (APTS) solide	Très soluble (750 $g.L^{-1}$)	Très peu soluble	Soluble

pK_A du BBT et couleur de chaque forme (rouge pour AH_2, jaune pour AH^-, bleu pour A^{2-})

XXVIIIes Olympiades Nationales de la Chimie 2012

Thème : "Chimie et eau"

Olympiades Nationales de la Chimie

EPREUVE PRATIQUE
QUESTIONS ET DOCUMENTS-REPONSES
DOCUMENT DESTINE AU CANDIDAT

NOM : **PRÉNOM :**

TERMINALE(1) **:** **S** **CLPI**

CENTRE(1) **:** **UPMC** **ENCPB**

Durée de l'épreuve : 3 h30

Le document comporte 8 pages.

Notes importantes

- ***Compléter la « feuille de marche » au fur et à mesure de l'avancée du travail.***
- ***Les valeurs numériques expérimentales seront consignées sur la feuille de marche.***
- ***La numérotation des questions correspond à la numérotation des étapes du protocole.***
- ***Les résultats des calculs numériques seront donnés avec 3 chiffres significatifs au maximum.***
- ***Tout résultat donné sans unité sera considéré comme faux.***

1 (□) Entourer la bonne réponse

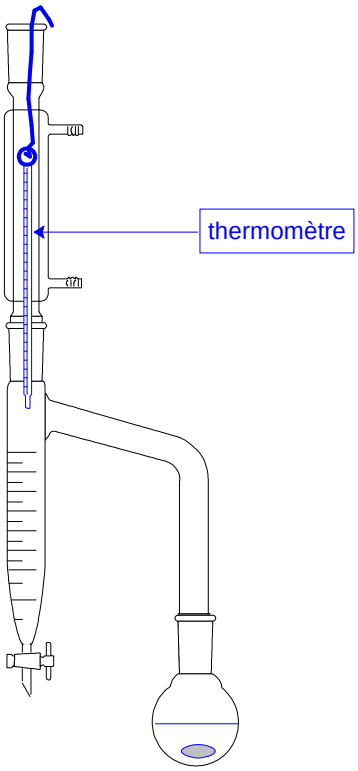
	PARTIE 1 : DETERMINATION DE LA CONCENTRATION MICELLAIRE CRITIQUE (CMC) DU DODECYLSULFATE DE SODIUM	
1.	Donner la formule littérale permettant de calculer la concentration molaire C_i en SDS introduit dans la solution S_i. On notera C la concentration molaire de la solution mère de SDS, v_i le volume de solution mère de SDS utilisé et V_f le volume de la fiole.	
2.1	On définit la grandeur Y, sans unité, par : $Y = \frac{(A - A_1)}{(A_7 - A)}$, où A_1 est l'absorbance de la solution S_1 et A_7 celle de la solution S_7. Compléter le tableau suivant :	

N°	1	2	3	4
C_i (mmol.L^{-1})				
A (λ = 610 nm)				
Y				
N°	5	6	7	
C_i (mmol.L^{-1})				
A (λ = 610 nm)				
Y				

2.2	Sur papier millimétré, tracer le graphique représentant la grandeur Y en fonction de la concentration en SDS introduit. *Joindre la feuille de papier millimétré à la feuille de marche.*	
2.3	Pour estimer la concentration micellaire critique du SDS, on procède ainsi : • Tracer la droite passant au plus près des trois derniers points. • Lire l'abscisse du point d'intersection de cette droite avec l'axe des abscisses : on considérera que cette valeur est une estimation de la CMC du SDS.	
	CMC =	
		P1 =

2.4	Dans l'expérience réalisée, quelle caractéristique visuelle des solutions permet de mettre en évidence la formation des micelles ?	
2.5	Tracer le diagramme de prédominance des espèces AH^- et A^{2-} . Interpréter la couleur de la solution S_1.	
2.6	Quel est le rôle de la solution tampon ?	
2.7	Au vu de la réponse précédente, que peut-on dire du rapport $\frac{[A^{2-}]}{[AH^-]}$ dans la solution ?	
2.8	Proposer une explication au fait que l'espèce AH^- arrive à interagir avec une micelle malgré les interactions répulsives entre les charges négatives des deux entités.	
		P2 =

2.9	Proposer une explication pour l'évolution de la couleur dans la gamme de solutions réalisée.	
	PARTIE 2 : SYNTHESE DE L'ACETATE D'ISOAMYLE	
3.1	Ecrire l'équation-bilan de la réaction, en donnant les formules semi-développées des réactifs et des produits.	
3.2	Quel est le rôle de l'acide paratoluènesulfonique ?	
3.3	Calculer les quantités de matière des réactifs. Quel est le réactif limitant ?	
		P3 =

3.4	L'acide acétique bout à 117 °C et forme avec le cyclohexane un azéotrope de composition massique 97,2 / 2,8 qui bout à 79,7 °C. Quelle est la conséquence prévisible de la présence de cet azéotrope sur le déroulement de l'estérification ? Selon vous, comment en a-t-il été tenu compte lors de la mise au point de cette expérience ?	
4.	Compléter et légender le schéma ci-dessous :	
		
		P4 =

7.	Indiquer la position de l'eau dans le collecteur de l'appareil de Dean-Stark. Justifier.	
8.1	Sur papier millimétré, tracer le graphique $V_{eau} = f(t)$. *Joindre cette feuille de papier millimétré à la feuille de marche.*	
8.2	Calculer la quantité de matière d'eau formée si la réaction effectuée est totale. En déduire le volume correspondant à cette quantité de matière d'eau.	
8.3	Comparer cette valeur théorique à celle obtenue expérimentalement. Commenter.	
9.	Commenter le volume final de cyclohexane obtenu.	
10.	Pourquoi refroidit-on le mélange réactionnel ?	
		P5 =

12.1	Quel est le rôle du lavage de la phase organique à l'eau ?	
12.2	Faire un schéma légendé de l'ampoule à décanter. Indiquer pour chaque phase : sa nature (organique ou aqueuse), ainsi que ses constituants majoritaires.	
13.	Quel est le but du lavage avec la solution aqueuse saturée d'hydrogénocarbonate de potassium ? Justifier en écrivant l'équation de la réaction mise en jeu.	
16.	Exprimer littéralement puis calculer numériquement la masse théorique d'ester.	
17.1	Déterminer le rendement final de la synthèse.	
		P6 =

17.2	Quel est le rôle de l'étape de distillation ?	
18.	Interpréter le chromatogramme obtenu.	
19.	Justifier la position relative des taches correspondant à l'alcool et à l'ester.	
20.	Sachant que la réaction est équilibrée (K = 4), l'état final obtenu en menant la réaction avec un montage à reflux classique (avec les mêmes quantités de réactifs) serait :	

	n(alcool)	n(acide)	n(ester)	n(eau)
Etat final (mol)	0,055	0,095	0,145	0,145

Justifier l'intérêt d'opérer avec l'appareil de Dean-Stark.

P7 =	
P =	

FIN DU DOCUMENT

XXVIIIes Olympiades Nationales de la Chimie 2012

Thème : "Chimie et eau"

Olympiades Nationales de la Chimie

EPREUVE PRATIQUE
FEUILLE DE MARCHE ET DE RESULTATS
DOCUMENT DESTINE AU CANDIDAT

NOM : **PRÉNOM :**

TERMINALE(1) **:** **S** **CLPI**

CENTRE(1) **:** **UPMC** **ENCPB**

Durée de l'épreuve : 3 h30

Le document comporte 3 pages.

Notes importantes

- ***Compléter la « feuille de marche » au fur et à mesure de l'avancée du travail. Noter en particulier l'heure de chaque opération indiquée (heure de début de l'opération).***
- ***Les valeurs numériques expérimentales seront consignées sur la feuille de marche.***
- ***Tout résultat donné sans unité sera considéré comme faux.***
- ***La numérotation des cases (colonne de gauche – P) correspond à la numérotation des étapes du protocole.***

1 (□) Entourer la bonne réponse

P	Horaire						R
PARTIE 1 : DETERMINATION DE LA CONCENTRATION MICELLAIRE CRITIQUE (CMC) DU DODECYLSULFATE DE SODIUM							
1.		Début de la préparation des solutions					
		Indiquer la couleur de chaque solution :					
		N°	1	2	3	4	
		Couleur					
		N°	5	6	7		
		Couleur					
2.		Absorbance de la solution S_1 : A_1 =					
		Valeur de la CMC du SDS : CMC =					
PARTIE 2 : SYNTHESE DE L'ACETATE D'ISOAMYLE							
3.		Début de l'introduction des réactifs					
6.		Début du reflux					
7. et 8.		**T (en min)**	**Aspect du contenu du Dean-Stark**	**Température à la base du réfrigérant (en °C)**	**Volume d'eau mesuré (en mL)**		
		5					
		10					
		15					
		20					
		25					
		30					
		35					
		40					
		45					
		50					
		55					
		60					
							R1 =

9.		Volume final de cyclohexane : V_{cyclo} =		
10.		Refroidissement du ballon		
11.		Début des lavages		
14.		Fin des lavages		
15.		Durée du séchage : Masse du ballon de 100 mL : m_{100} =		
16.		Masse de produit brut : m_{brut} =		
17.		Début de la distillation		
		Fin de la distillation		
		Température du palier d'ébullition : Masse du pilulier : m_{pil} = Masse du produit purifié : m_{pur} =		
18.		Début de l'élution		
		Fin de l'élution		
		Coller ici la plaque CCM	Déterminer les rapports frontaux des taches :	
				R2 =
				R =

FIN DU DOCUMENT