



CAHIER DE LABORATOIRE

ÉPREUVE DE MANIPULATION - 31 mai 2022

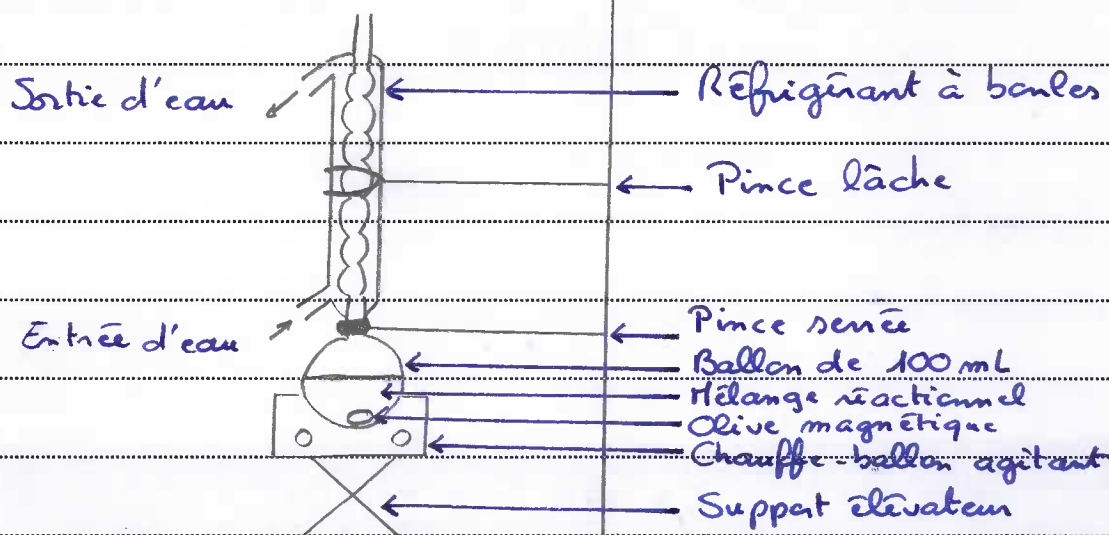
ATTENTION

Nom et prénom du candidat : ..

Ce document est un exemple réel de Cahier de Laboratoire. Il répond pour l'essentiel aux attentes de l'épreuve expérimentale des Olympiades Nationales de Chimie. Produit par un candidat de la session 2022, il n'a pas vocation à servir de corrigé et ne prétend pas être parfait.

A. Synthèse du lactate de menthyle

Montage à reflux : Durée : 30 minutes



Mélange réactionnel :

• Menthol (s) : $n_i = \frac{m_i}{M} = \frac{6,0 \text{ g}}{156,27 \text{ g/mol}} = 3,8 \times 10^{-2} \text{ mol}$ ↳ limitant

• Acide lactique (l) : $n_i = \frac{m_i}{M} = \frac{0,90 \times \rho \times V}{M}$

$n_i(\text{acide}) = \frac{0,90 \times 1,25 \times 13}{90,08} = 0,16 \text{ mol}$ ↳ excès

• Amberlyst (s) : 2,0 g. (catalyseur)

Observations :

- Chauffage pour accélérer la réaction
- Reflux après 15 minutes de chauffe
- Jaunissement léger

Nom et prénom du candidat :

n° de poste :

Appel n°1 :

L'acide lactique est en excès (coefficients 1 dans l'équation). Donc il reste après la réaction le lactate de menthyle, la rérine et l'acide lactique.

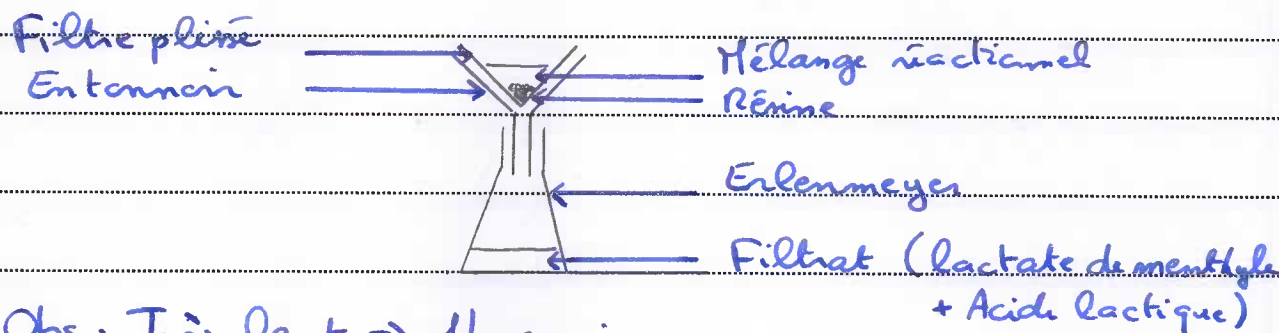
=> On élimine la rérine par filtration

On élimine l'acide par un lavage à l'eau après avoir neutralisé l'acide
($\text{pH} > \text{pK}_a + 1 = 5$)

Protocole distribué au candidat à l'issue de l'appel n°01 :

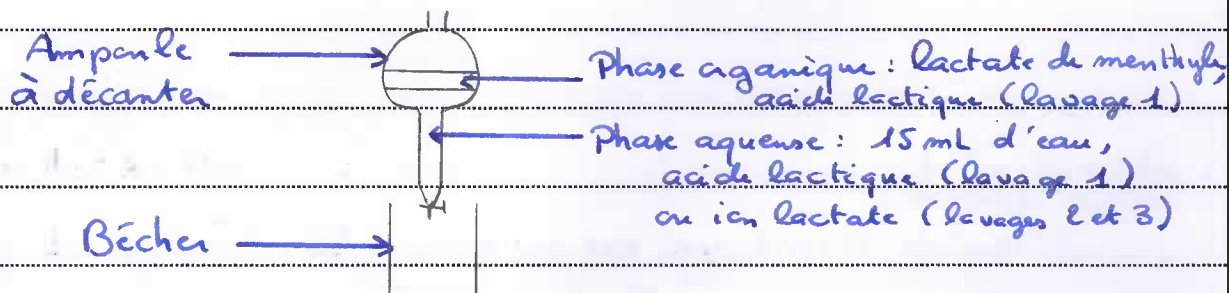
- * Laisser refroidir le milieu réactionnel quelques minutes dans un bain d'eau à température ambiante,
- * Filtrer le milieu réactionnel sur filtre plissé. **Pendant ce temps, démarrer la partie B.**
- * Laver la phase organique successivement avec :
 - 15 mL d'eau,
 - 15 mL d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium à 10%,
(Renouveler l'opération si le pH de la phase aqueuse est inférieur à 5)
 - 2 fois 15 mL d'eau

Filtration simple :



Obs : Très lent => 1h environ.
(Partie B).

Lavages:



Obs: Dégagement gazeux avec l'hydrogénocarbonate de sodium (CO_2)

pH de la Phase aqueuse après neutralisation ≈ 5

Phase aqueuse en bas: Volume plus grand.

Séchage: On attend que la phase liquide soit moins trouble (environ 15 minutes).

Exploitation:

- $m_{\text{dst}} = 3,0869 \text{ g}$

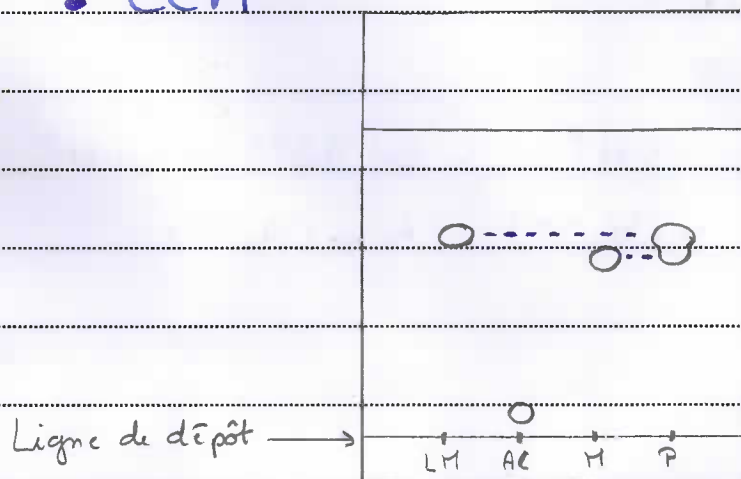
- $m_{\text{max}} = m_{\text{menthol}}$ car le menthol est limitant et les coefs sont 1
 $= 3,8 \times 10^{-2} \text{ mol}$

$$\Rightarrow m_{\text{max}} = n_{\text{max}} \times M = 3,8 \times 10^{-2} \times 228,33 = 8,7 \text{ g}$$

$$\text{donc } \eta = \frac{3,0869}{8,7} = 35\%$$

Analyse

- CCM



LM: Lactate de Mentyle

AL: Acide lactique

M: Menthol

P: Produit obtenu

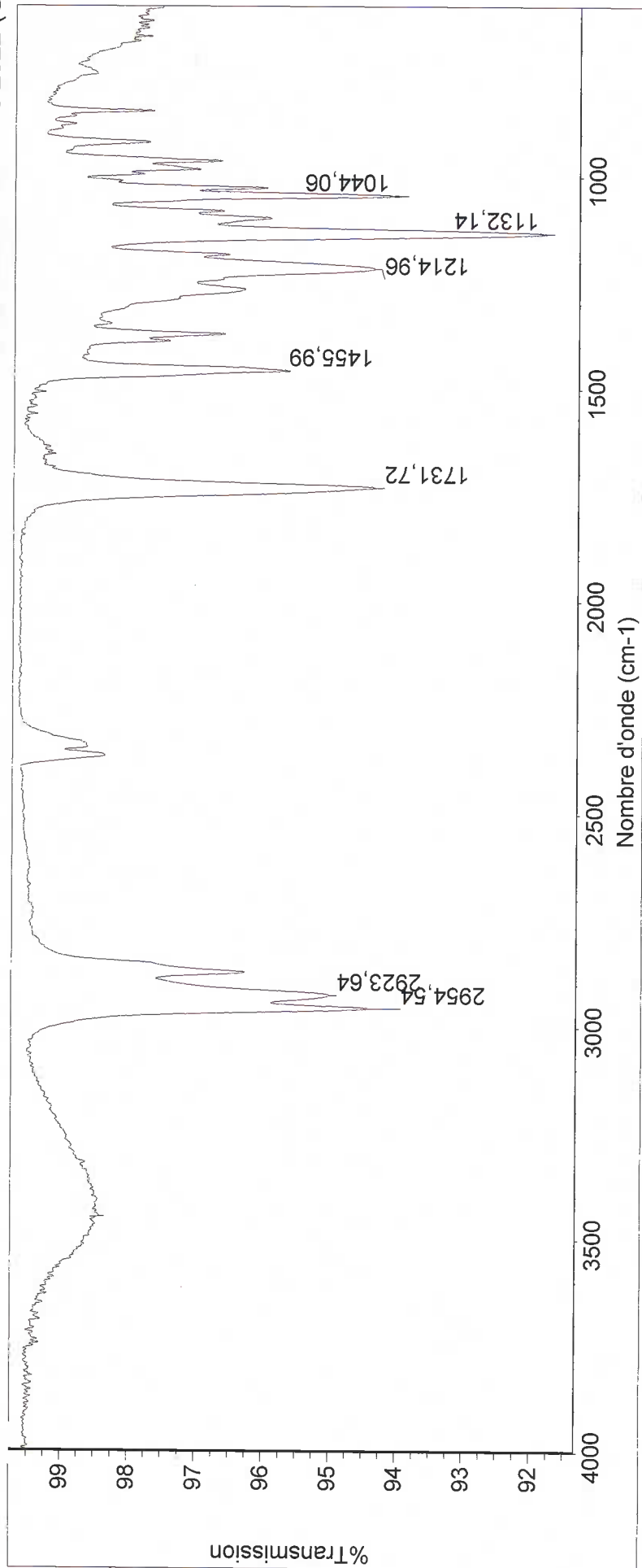
Absence d'Acide lactique

Présence de lactate de menthyle et de Menthol.

- Spectre IR : Présence du $C=O$ de l'ester
($1731,72 \text{ cm}^{-1}$)

$\Rightarrow$ La réaction a donc bien eu lieu

Mar Mai 31 16:41:16 2022 (G



Temps Acquis.: Mar Mai 31 16:40:57 2022 (GMT+02

Mar Mai 31 16:41:10 2022 (GMT+02:00)

POINTE de PICS:

Spectre: Candidat

Région: 4000,12 600,24

Seuil : 95,728

Sensibilité: 50

Liste de pics:

Position:	1044,06	Intensité:	93,991
Position:	1132,14	Intensité:	91,789
Position:	1214,96	Intensité:	94,367
Position:	1455,99	Intensité:	95,643
Position:	1731,72	Intensité:	94,356
Position:	2923,64	Intensité:	95,014
Position:	2954,54	Intensité:	94,428

B. Détermination de la pureté d'une pierre de "pierre d'alun"

Appel n°3 :

1 $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$ donne 3H^+ par le Al^{3+} et 1H^+ par le K^+ donc : $n(\text{H}_3\text{O}^+) = 4 n(\text{Al}^{3+})$

Document distribué au candidat à l'issue de l'appel n°03 :

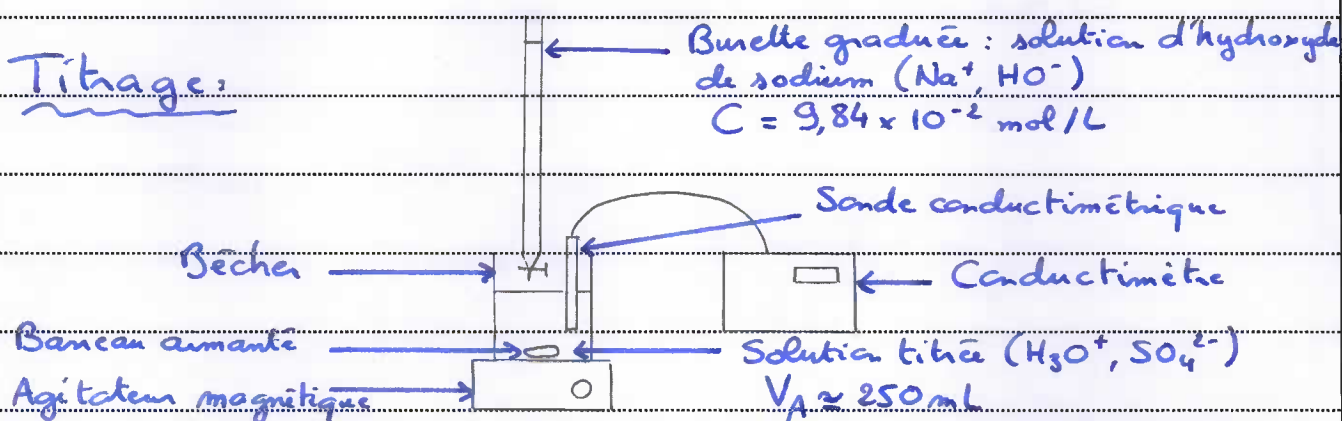
La quantité de matière d'ions aluminium dans la pierre d'alun est liée à la quantité de matière d'ions oxonium libérés par la résine par la relation : $n(\text{Al}^{3+}) = \frac{1}{4} \times n(\text{H}_3\text{O}^+)$

Agitation avec la résine : 5 minutes

Filtration de la résine plus rapide que la Partie A

Rinsage de la résine pour récupérer tous les H^+

Titrage :



$V_E = 8,6 \text{ mL}$ d'après la méthode des demi-décroissances sur le graphique.

Exploitation :

- A l'équivalence, les réactifs sont dans les proportions stoechiométriques, donc d'après l'équation de la réaction support du titrage : $\text{H}_3\text{O}^+ + \text{HO}^- \rightarrow 2\text{H}_2\text{O}$, on a :

$$\begin{aligned}
 m_i(\text{H}_3\text{O}^+) &= m_{eq}(\text{HO}^-) = C_{\text{NaOH}} \times V_E \\
 &= 9,84 \times 10^{-2} \times 8,6 \times 10^{-3} \\
 &= 8,46 \times 10^{-4} \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{donc } m(\text{Al}^{3+}) &= \frac{1}{4} m_i(\text{H}_3\text{O}^+) = \frac{1}{4} \times 8,46 \times 10^{-4} \\
 &= 2,12 \times 10^{-4} \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\bullet m_i(\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}) = m(\text{Al}^{3+}) = 2,12 \times 10^{-4} \text{ mol}$$

$$\Rightarrow m_i = n \times M = 2,12 \times 10^{-4} \times 474,39 = 0,101 \text{ g}$$

$$\begin{aligned}
 \text{or on a } m_{\text{tot}} &= t_s \times V_s = 4 \text{ g/L} \times 25 \times 10^{-3} \text{ L} \\
 &= 0,1 \text{ g}
 \end{aligned}$$

$$\text{donc } P = \frac{0,101}{0,1} = 101 \%$$

Résultat impossible à

cause d'erreurs expérimentales ?

$$\bullet \frac{|P - P_{th}|}{u(P)} = 0,5 \leq 2 \quad \text{donc le résultat est valide.}$$

C. Formulation

Obs: Fusion de la cire de candelilla avec langue

Aspect homogène avant de couler (Jaune transparent)

Solidification: Jaune opaque.

Appel n°4:

1) Aspect: Homogène pour les 2 formules.

2) Rigidité: 1 mou / 2 dur

3) Étalement: Les 2 s'étaient

4) Toucher: gras pour les 2

5) Couleur: 1 jaune clair / 2 jaune foncé

6) Odeur: discrète pour les 2

⇒ La Formule 2 répond mieux au cahier des charges grâce à l'ajout de cire de candelilla.

Tabelle 2

