

TP 1 : Titrage direct d'un vinaigre

Déroulement d'un TP de chimie générale au concours CC INP :

L'appel est fait dans le hall de l'école. Les candidats sont conduits dans les différentes salles. Les consignes générales (sécurité, organisation de la salle) sont précisées et un dossier est donné à chaque candidat. L'épreuve dure environ 3h et se décompose en deux parties.

La première phase de l'épreuve dure 40 minutes exactement.

Une série de questions est posée au candidat qui doit in fine proposer un protocole expérimental par écrit. Dans certains sujets, des documents sont fournis (tables de données thermodynamiques par exemple), pour d'autres des logiciels de simulation peuvent être mis à disposition.

Le questionnaire incluant la proposition de protocole est ramassé par l'examineur au bout de 40 minutes, sans que celui-ci ne dise si les propositions du candidat sont valables ou pas. Un protocole détaillé est alors remis au candidat.

Compte-rendu :

Les candidats rendent soit un rapport dans lequel ils répondent aux diverses questions posées soit un questionnaire à trous.

Présentation des salles :

Chaque salle comporte 4 paillasse qui correspondent à 4 manipulations différentes.

En chimie générale, les postes nécessitant des pesées sont équipés d'une balance de précision à ouvertures latérales. Les burettes contiennent initialement de l'eau déminéralisée et cette information est inscrite au tableau. Les produits ne doivent évidemment pas être évacués à l'évier, mais dans des bacs de récupération dédiés.

Les électrodes ou sondes, avec leur capuchon de protection (que les candidats doivent penser à enlever), sont souvent déjà connectées à l'appareil. Pour la pH-métrie, il peut s'agir de deux électrodes séparées ou d'électrodes combinées selon la salle.

La verrerie est présente en quantité suffisante et le candidat aura à choisir la verrerie adéquate pour chacune des opérations.

Contrairement à d'autres concours, il faut transvaser le contenu des flacons dans un bécher propre avant de prélever un liquide—conformément aux précisions données dans le rapport de jury.

Les ordinateurs sont équipés uniquement de Regressi et d'Excel, et de Python. Les candidats doivent faire leur vaisselle en fin de TP.

Evaluation :

L'évaluation est pensée par compétences lors de la création du sujet. Pendant l'épreuve, les examinateurs disposent de grilles informatisées dans lesquelles ils ont rassemblé des points à observer tout au long du TP. Chacun de ces items est associé à un nombre de points sur 20 et rattaché à une compétence. Par ailleurs, les examinateurs viendront vous voir pour vous poser un certain nombre de questions pendant le TP.

Conseils :

Les consignes de sécurité (blouse, lunettes de protection, tenue vestimentaire, cheveux attachés) sont rappelés en début d'épreuve. Le jury demande de porter des lunettes de sécurité (sur-lunettes exigées au-dessus des lunettes de vue le cas échéant) et des gants pour manipuler lorsque cela est nécessaire les produits.

La liberté est ensuite laissée à l'étudiant mais l'examineur viendra éventuellement faire des rappels concernant les erreurs observées vis-à-vis de ces consignes. Le comportement général au laboratoire (sécurité, attitude) fait partie des compétences évaluées.

Attitude du jury :

L'attitude des examinateurs est très courtoise et bienveillante à l'égard des candidats. Les consignes générales données aux examinateurs sont d'être présents et d'accompagner tous les candidats pour leur permettre de montrer au mieux leurs compétences.

Cas particulier des titrages :

Pour les TP faisant intervenir un titrage, le candidat doit réaliser **deux déterminations du volume à l'équivalence, même si le protocole ne l'y invite pas**.

La première détermination peut être grossière afin d'estimer le volume à l'équivalence. Pour le deuxième titrage, il est attendu que les candidats resserrent spontanément leurs mesures (0,1 à 0,2 mL généralement). Le tracé des courbes se fait sur papier ou sur ordinateur.

Des solutions mères sont préparées pour plusieurs TP. Il est attendu que les candidats effectuent leurs prélèvements après transfert dans un bécher propre, et non directement dans les solutions mères.

Objectif de la séance du jour :

L'objectif consiste à déterminer le degré d'acidité du vinaigre muni de son incertitude-type et de vérifier la conformité des indications portées sur l'étiquette. Le degré d'acidité d'un vinaigre est la masse d'acide éthanoïque contenue dans 100 g de vinaigre.

Pour cela, vous allez tracer la **courbe de titrage pH-métrique** ainsi que sa dérivée à l'aide de Python. En fonction de votre vitesse d'avancement, vous pourrez mettre en œuvre la **méthode Monte Carlo** afin d'estimer l'incertitude-type sur le volume équivalent et conclure sur le degré d'acidité du vinaigre fourni.

Présentation de la situation expérimentale :

- On dispose d'un vinaigre commercial qu'il va falloir diluer 10 fois ; soit (S) la solution obtenue.
- On titre un volume V_a de cette solution (S) à l'aide d'une solution de soude de concentration C_b connue ; le titrage est suivi par pH-métrie.

Données du problème : à compléter

- volume de la fiole jaugée pour effectuer la dilution $V_f = 100 \text{ mL}$; la tolérance lue sur la fiole est $t_{vf} =$;
- la tolérance lue sur la pipette jaugée de 10.00 mL est $t_{va} =$;
- la tolérance lue sur la burette graduée de 25 mL et graduée tous les 0.05 mL est $t_{vbur} =$;
- la technicienne délivre une solution de soude de concentration $C_b = 0.100 \text{ mol.L}^{-1}$ et déclare une incertitude-type $u(C_b) = 0.00058 \text{ mol.L}^{-1}$;
- Le volume équivalent est noté V_{eq} et l'incertitude-type associée $u(V_e)$ que nous estimerons ultérieurement.

Question 1 : écrire l'équation de la réaction de titrage.

Question 2 : calculer sa constante d'équilibre.

Données : $pK_A(\text{CH}_3\text{COOH}/\text{CH}_3\text{COO}^-) = 4,8$; $pK_A(\text{H}_2\text{O}/\text{HO}^-) = 14$

Manipulation :

- préparer la solution de vinaigre diluée 10 fois appelée (S).
- étalonner le pH-mètre
- réaliser le titrage pH-métrique de 10,00 mL de solution (S) par la soude (le tracé de la courbe et l'exploitation de celle-ci se fera en complétant le notebook fourni).

Question 3 : compléter petit à petit le notebook (disponible sur cahier de prépa et à ouvrir dans Google colab) ou le programme Python et comparer le degré d'acidité obtenu à celui indiqué sur l'étiquette.