

BACCALAURÉAT SÉRIE S**Épreuve de PHYSIQUE CHIMIE
Évaluation des Compétences Expérimentales****Sommaire**

I. DESCRIPTIF DU SUJET DESTINÉ AUX ÉVALUATEURS	2
II. LISTE DE MATÉRIEL DESTINÉE AUX ÉVALUATEURS ET AUX PERSONNELS DE LABORATOIRE	3
III. ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT	4
1. Proposition d'un protocole de dilution (10 minutes conseillées)	7
2. Mise en œuvre des protocoles expérimentaux (30 minutes conseillées)	7
3. Détermination du pourcentage massique en aluminium (20 minutes conseillées)	7

I. DESCRIPTIF DU SUJET DESTINÉ AUX ÉVALUATEURS

Tâches à réaliser par le candidat	<p>Dans ce sujet, le candidat doit :</p> <ul style="list-style-type: none"> proposer un protocole de dilution d'une solution d'EDTA ; mettre en œuvre le protocole de dilution ; réaliser un dosage des ions fer (III) et aluminium (III) présents dans une solution obtenue après traitement d'un ciment, le protocole étant fourni ; déterminer le pourcentage massique en aluminium d'un ciment ; comparer le pourcentage massique trouvé avec la norme annoncée.
Compétences évaluées Coefficients respectifs	<ul style="list-style-type: none"> Analyser (ANA) : coefficient 1 Réaliser (REA) : coefficient 3 Valider (VAL) : coefficient 2
Préparation du poste de travail	<p><u>Précautions de sécurité</u></p> <ul style="list-style-type: none"> Tous les appareils qui doivent être connectés au secteur le sont avant l'arrivée du candidat. <p><u>Avant le début des épreuves</u></p> <ul style="list-style-type: none"> réaliser la lixiviation acide du ciment afin d'obtenir la solution A ; réaliser le dosage préparatoire ; placer un flacon étiqueté « solution A » contenant 50 mL de solution A pour chaque candidat (voir fiche II pour la préparation de la solution A). <p><u>Entre les prestations de deux candidats</u></p> <ul style="list-style-type: none"> faire l'appoint des différentes solutions.
Déroulement de l'épreuve. Gestion des différents appels.	<p><u>Minutage conseillé</u></p> <ul style="list-style-type: none"> Proposition d'un protocole expérimental (10 minutes). Réalisation d'une dilution et d'un dosage (30 minutes). Détermination du pourcentage massique (20 minutes). <p><u>Il est prévu deux appels obligatoires et un appel facultatif de la part du candidat</u></p> <ul style="list-style-type: none"> Lors de l'appel n°1, l'évaluateur vérifie le protocole de dilution du candidat. Lors de l'appel n°2, l'évaluateur vérifie la valeur du volume équivalent V_E. <p>Le reste du temps, l'évaluateur observe le candidat en continu.</p>
Remarques	<p>Les fiches II et III sont à adapter en fonction du matériel utilisé par les candidats au cours de l'année.</p> <ul style="list-style-type: none"> le ciment analysé doit être un ciment au laitier dit de haut fourneau de type CEM III ; il peut être facilement commandé dans des magasins de bricolage ; compléter sur le sujet candidat la valeur de V_T ; on fait l'hypothèse simplificatrice que le pourcentage massique en fer dans le ciment est de 1% (voir <i>olympiades nationales de la chimie 2006</i> pour une méthode de dosage des ions fer III dans le ciment).

II. LISTE DE MATÉRIEL DESTINÉE AUX ÉVALUATEURS ET AUX PERSONNELS DE LABORATOIRE

La version modifiable de l'ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT jointe à la version .pdf vous permettra d'adapter le sujet à votre matériel. Cette adaptation ne devra entraîner EN AUCUN CAS de modifications dans le déroulement de l'évaluation.

Paillasse candidats

- une calculette type « collège » ou un ordinateur avec fonction « calculatrice »
- pissette d'eau distillée
- flacon de 50 mL de solution **A** étiqueté « *solution A* »
- solution d'EDTA à $1,00 \times 10^{-1} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
- solution tampon acide éthanoïque/éthanoate de sodium de $pH = 4,8$ à $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
- solution saturée d'éthanoate de sodium
- solution d'orangé de xylénol à 1 % en masse dans l'eau
- solution de sulfate de zinc ($\text{Zn}^{2+}(\text{aq}) + \text{SO}_4^{2-}(\text{aq})$) à $1,00 \times 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
- bécher de 250 mL
- pipettes jaugées de 10,0 mL et de 20,0 mL
- propipette/poire à pipeter
- éprouvettes de 20 mL et de 100 mL
- compte-gouttes
- agitateur magnétique et barreau aimanté
- burette avec son support
- marqueur pour la verrerie
- petit torchon
- quatre béchers de 50 mL
- fioles jaugées de 50,0 mL et 100,0 mL
- deux béchers de 100 mL
- gants et lunettes de protection

Paillasse professeur

- réserve de solution **A**
- solution d'EDTA à $1,00 \times 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ à donner aux candidats qui ne réaliseraient pas correctement la dilution

Remarques

- préparation de la solution **A** :

Peser dans un bécher de 100 mL, 1,0 g de ciment. Il s'agit du ciment au laitier CEM III. Ajouter 1 g de NH_4Cl et 10 mL de HCl à 37 % (acide chlorhydrique à 37 % en masse). Après l'effervescence, chauffer directement à la plaque chauffante sous la hotte en agitant de temps en temps à l'aide d'une tige en verre. Chauffer pendant 15 minutes avec la plaque réglée à 250°C . Une pâte jaunâtre est obtenue. Après refroidissement du bécher, reprendre à l'eau distillée puis filtrer sur Büchner en rinçant bien le résidu solide avec de l'eau distillée. Recueillir le filtrat et l'introduire dans une fiole jaugée de 500 mL puis compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée, en homogénéisant. On obtient la solution **A**.

- dosage à blanc réalisé en préparation :

Dans un bécher de 250 mL, ajouter 10,0 mL d'eau distillée, 20,0 mL d'EDTA à $1,00 \times 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. Ajuster à 75 mL avec de l'eau distillée en rinçant les bords du bécher. Ajouter 20 mL de tampon éthanoate de sodium / acide éthanoïque de $pH = 4,8$ (solution à $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$) puis 20 mL d'une solution saturée d'éthanoate de sodium. Ajouter une à deux gouttes de solution d'orangé de xylénol à 1 % dans l'eau. Le milieu réactionnel devient jaune-orangé. Titrer par une solution de sulfate de zinc à $1,00 \times 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. Le virage de l'indicateur se fait de jaune-orangé à rose-violet. On note V_7 le volume équivalent obtenu.

- Une solution de sulfate d'aluminium pourra directement être préparée au laboratoire si le ciment au laitier n'est pas trouvé dans le commerce. Il sera alors nécessaire d'adapter le sujet suite à l'absence des ions fer (III) dans la solution A.

III. ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT

NOM :	Prénom :
Centre d'examen :	n° d'inscription :

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

Dans ce sujet, 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 d'une calculatrice ou d'un ordinateur autres que ceux fournis n'est pas autorisée.

CONTEXTE DU SUJET

En sidérurgie, le laitier est un déchet solide obtenu lors de la production de la fonte, du fer ou de l'acier à partir d'un minerai. Il est utilisé comme remblai mais aussi dans la fabrication de ciments dits « au laitier ».

Un laboratoire d'analyse dans une entreprise qui fabrique un ciment au laitier doit doser la quantité d'aluminium présent dans le ciment afin d'en contrôler la teneur. Le pourcentage massique en aluminium du ciment au laitier étudié devrait être inférieur à 10%.

Une solution aqueuse de 500 mL, notée **A**, résultant de l'attaque acide de 1,0 g d'un ciment, a été préparée au laboratoire. À la suite de cette attaque acide, les métaux contenus dans la solution sont présents sous forme ionique : les ions Fe^{3+} pour le fer et les ions Al^{3+} pour l'aluminium.

Le but de cette épreuve est d'effectuer le dosage des ions Fe^{3+} et Al^{3+} présents dans un échantillon de la solution A et de déterminer le pourcentage massique en aluminium du ciment.

DOCUMENTS MIS À DISPOSITION DU CANDIDAT**Document 1 : Dosage des ions fer (III) Fe^{3+} et aluminium (III) Al^{3+} avec l'EDTA**

L'EDTA est une espèce chimique qui réagit aussi bien avec les ions fer (III) qu'avec les ions aluminium (III). Il est volontairement introduit en excès dans une solution contenant ces ions à doser. L'EDTA n'ayant pas réagi est dosé ensuite par une solution de sulfate de zinc ($\text{Zn}^{2+}(\text{aq})$, $\text{SO}_4^{2-}(\text{aq})$). Il est possible ensuite de remonter par calcul à la quantité de matière initiale en ions fer (III) et aluminium (III).

Le schéma ci-dessous illustre les différentes quantités de matière d'EDTA mises en jeu.

EDTA introduit initialement

EDTA ayant réagi avec les ions Fe^{3+} et Al^{3+}

EDTA restant réagissant avec les ions Zn^{2+}

Les ions Fe^{3+} et Al^{3+} réagissent totalement avec l'EDTA en excès.

Document 2 : Protocole de dosage d'un échantillon de la solution A

- Placer un volume $V_A = 10,0 \text{ mL}$ de solution **A** dans un bécher de 250 mL et un volume $V_{\text{EDTA}} = 20,0 \text{ mL}$ d'une solution d'EDTA à une concentration $C_{\text{EDTA}} = 1,00 \times 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.
- Ajuster à un volume d'environ 75 mL avec de l'eau distillée en rinçant les bords du bécher.
- Ajouter 20 mL de solution tampon acide éthanoïque/éthanoate de sodium de $\text{pH} = 4,8$ puis 20 mL d'une solution saturée d'éthanoate de sodium.
- Ajouter une à deux gouttes d'une solution d'orangé de xylénol qui joue le rôle d'indicateur coloré jusqu'à ce que le milieu réactionnel devienne jaune-orangé.
- Titrer par une solution de sulfate de zinc ($\text{Zn}^{2+}(\text{aq}) + \text{SO}_4^{2-}(\text{aq})$) à une concentration $C_{\text{ZnSO}_4} = 1,00 \times 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.

Le virage de l'indicateur coloré se fait d'une couleur *jaune-orangé* à une couleur *rose-violet*. Le volume équivalent trouvé est noté V_E .

Une expérience préliminaire, permettant de doser la solution d'EDTA introduite initialement, a été conduite en remplaçant la solution **A** par de l'eau distillée.

Le volume équivalent obtenu est $V_T = \boxed{\hspace{1cm}} \text{ mL}$.

La quantité de matière totale d'atomes de fer et d'aluminium $n_{\text{Fe+Al}}$ présente initialement dans l'échantillon de minéral peut être assimilée à la quantité de matière d'ions Fe^{3+} et Al^{3+} présente initialement dans l'échantillon de solution **A** et vérifie la relation :

$$n_{\text{Fe+Al}} = C_{\text{ZnSO}_4} \cdot (V_T - V_E).$$

Document 3 : Données

$$M_{\text{Al}} = 27,0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

$$\text{Pourcentage en masse d'aluminium dans un ciment } p = \frac{m_{\text{Al}}}{m_{\text{ciment}}} \times 100$$

Matériel mis à disposition du candidat

- une calculatrice type « collègue » ou un ordinateur avec fonction « calculatrice »
- pissette d'eau distillée
- flacon de 50 mL de solution **A** étiqueté « *solution A* »
- solution d'EDTA à $1,00 \times 10^{-1} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
- solution tampon acide éthanoïque/éthanoate de sodium de $pH = 4,8$ à $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
- solution saturée d'éthanoate de sodium
- solution d'orangé de xylénol à 1 % en masse dans l'eau
- solution de sulfate de zinc ($\text{Zn}^{2+}(\text{aq}) + \text{SO}_4^{2-}(\text{aq})$) à $1,00 \times 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
- bécher de 250 mL
- pipettes jaugées de 10,0 mL et de 20,0 mL
- propipette/poire à pipeter
- éprouvettes de 20 mL et de 100 mL
- compte-gouttes
- agitateur magnétique et barreau aimanté
- burette avec son support
- marqueur pour la verrerie
- petit torchon
- quatre béchers de 50 mL
- fioles jaugées de 50,0 mL et 100,0 mL
- deux béchers de 100 mL
- gants et lunettes de protection

TRAVAIL À EFFECTUER**1. Proposition d'un protocole de dilution (10 minutes conseillées)**

Proposer un protocole expérimental pour préparer une solution d'EDTA à $1,00 \times 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ à partir d'une solution à $1,00 \times 10^{-1} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ avec le matériel disponible.

.....

.....

.....

.....

.....



.....

.....

.....

.....



.....

APPEL n°1		
	Appeler le professeur pour lui présenter le protocole expérimental ou en cas de difficulté	

2. Mise en œuvre des protocoles expérimentaux (30 minutes conseillées)

Préparer la solution diluée d'EDTA à $1,00 \times 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$.

Mettre en œuvre le protocole de dosage du **document 2**.

APPEL n°2		
	Appeler le professeur pour lui présenter la valeur du volume équivalent ou en cas de difficulté	

Noter la valeur du volume équivalent $V_E = \dots\dots \text{ mL}$.

3. Détermination du pourcentage massique en aluminium (20 minutes conseillées)

On considère que le pourcentage massique en ions Fer (III) est de 1 %, ce qui correspond à une quantité de matière en ion fer (III) n_{Fe} dans le prélèvement de 10,0 mL de solution **A** égale à $4,0 \times 10^{-6} \text{ mol}$.

À l'aide de cette information, du document 2 et des données, déterminer le pourcentage en masse d'aluminium dans 1,0 g de ciment.

Commenter la valeur obtenue au regard de la norme attendue.

.....

.....

.....

.....



.....

.....

.....

.....

.....

APPEL FACULTATIF		
	Appeler le professeur en cas de difficulté	

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