



Épreuve pratique

29^{es} Olympiades de la chimie

Cahier de laboratoire commenté

Protocole : synthèse du polystyrène

Édition octobre 2014

À droite est présenté, un cahier de laboratoire tel qu'un candidat aurait pu le rédiger lors de l'épreuve de manipulation. À gauche sont commentés les points attendus par le jury dans ce cahier de laboratoire. Ces éléments sont de plusieurs natures, ce sont soit des reprises d'éléments du protocole, soit des données mesurées ou encore des réflexions faites par le candidat lors de l'expérimentation (analyse des données, justification des choix, etc.).

Support pour l'appel n°1

- ➔ Peut se présenter sous la forme d'un schéma ou de mots clés qui seront complétés à l'oral par le candidat. Il est inutile de rédiger en détail le protocole (perte de temps).
- ➔ Tous les supports d'appels seront évalués lors de l'oral et éventuellement complétés ou corrigés à cette occasion.

Compléments distribués à la fin de l'appel n°1

Justification des conditions expérimentales

Le candidat est incité à justifier les conditions expérimentales lorsqu'elles sont fournies pour leur donner un sens.

Observations

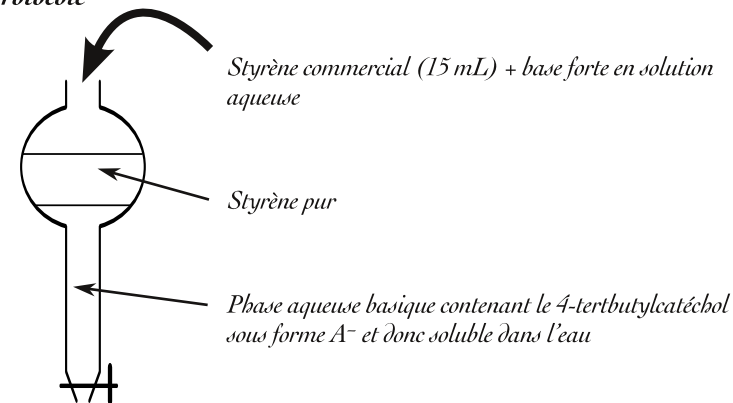
Le cahier de laboratoire doit faire apparaître les observations principales (changement de couleur, formation d'un précipité ...) et toute observation que le candidat juge pertinente.

I. Préparation du polystyrène

1. Lavage du styrène

Pour obtenir le styrène pur, il faut le séparer du 4-tertbutylcatéchol, stabilisant présent dans le styrène commercial.

a. Protocole



- Introduire dans l'ampoule à décanter le styrène et la base forte en solution aqueuse ; agiter et décanter.
- Il se produit la réaction d'équation :
 $AH + OH^- \rightarrow A^- + H_2O$
- Séparer les phases.
- Sécher la phase organique avec du sulfate de magnésium anhydre.

b. Compléments

On manipulera le styrène sous la botte (odeur forte).

- utiliser 15 mL de styrène (verser la totalité du contenu du flacon étiqueté « styrène »).
- laver une fois avec 15 mL de solution de soude (Na^+ , OH^-) à environ 1 mol.L⁻¹.
- laver deux fois la phase organique avec 10 mL d'eau distillée.
- sécher à l'aide de sulfate de magnésium anhydre

On lave la phase organique deux fois avec 10 mL d'eau distillée pour éliminer toute trace de A⁻ qui pourrait rester en phase organique.

c. Observations

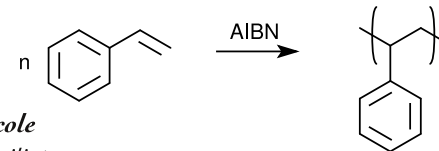
On obtient bien 2 phases avec une séparation nette : les 2 phases liquides ne sont pas miscibles.

Olympiades nationales de la chimie - épreuve pratique du concours 2013

2. Synthèse du polystyrène

Synthèse du polystyrène à partir de 5 mL de styrène pur et de 2 mL d'AIBN à 54 g.L⁻¹ (initiateur de radicaux).

a. Réaction de synthèse



b. Protocole

Matériel utilisé :

c, e, g, b, m, p, t, u, v

c. Compléments

- durée du reflux : 45 min
- température : 105°C
- Introduire 10 mL de toluène dans l'ampoule de coulée. Les ajouter en cours de réaction si le mélange réactionnel s'épaissit trop ou, sinon, en fin de réaction.

Conditions expérimentales réelles :

- Tableau résumé :

	Styrène	AIBN
Volume introduit	5,0 mL	2,0 mL
quantité de matière	$n = \frac{\rho V}{M} = \frac{0,91 \times 5,0}{104}$ $m = 4,4 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$	$n = \frac{CmV}{M} = \frac{2 \cdot 10^{-5} \times 54}{164,2}$ $m = 4,1 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$

• **Remarque :** on constate que l'AIBN est introduit en quantité catalytique

Durée du reflux : 46 minutes

Température maintenue entre 95 °C et 110 °C

Les 10 mL de toluène ont été introduits en fin de réaction

d. Observations

On observe que le milieu réactionnel s'épaissit au cours de la réaction. Cela semble indiquer que la réaction attendue a bien lieu : on forme une macromolécule.

Olympiades nationales de la chimie - épreuve pratique du concours 2013

Il est indispensable d'indiquer sur le cahier de laboratoire l'équation de la réaction.

Support pour l'appel n°2

Compléments distribués à la fin de l'appel n°2

Conditions expérimentales

Le cahier de laboratoire doit impérativement faire apparaître les quantités réellement utilisées et les conditions réelles de la manipulation.

Justification des conditions expérimentales

Interprétation

Le candidat doit essayer d'interpréter au maximum ses observations ou résultats expérimentaux

Support pour l'appel n°3



Compléments distribués à la fin de l'appel n°3



Justification des conditions expérimentales



Observations

Il est important de noter l'aspect du produit obtenu.



Résultats

Le candidat doit impérativement indiquer ses résultats expérimentaux (masse obtenue).



Exploitation

Le candidat doit prendre l'initiative d'exploiter ses résultats expérimentaux (ici le calcul du rendement est attendu).



Analyse



2. Isolement du polystyrène

On souhaite isoler le polystyrène du milieu réactionnel.

a. Protocole

- Solvant utilisé : styrène soluble et polystyrène insoluble -> éthanol (moins nocif que méthanol).
- Solide obtenu par filtration de la suspension sous pression réduite puis lavé à l'éthanol absolu.
- Solide placé à l'étuve jusqu'à masse constante.

b. Compléments

- on rincera le ballon avec du toluène
- on utilisera 150 mL d'éthanol à 95°.
- si l'addition du mélange réactionnel dans l'éthanol est trop rapide, on obtient une pâte plutôt qu'un solide.

- On utilise de l'éthanol à 95° car le milieu réactionnel contient de l'eau et il est donc inutile d'utiliser de l'éthanol absolu (plus coûteux).
- On rince le ballon avec le toluène pour récupérer l'intégralité du polystyrène formé.

c. Observations

- Le polystyrène précipite dès que l'on verse le mélange réactionnel dans l'éthanol.
- On obtient un solide blanc sous forme de poudre.

d. Résultats

On obtient 2,5 g de polystyrène.

Calcul du rendement :

$$r = \frac{\text{masse de polymère obtenue}}{\text{masse initiale de monomère}}$$

Masse de monomère introduite : $m = \rho \times V = 0,91 \times 5,0 = 4,6 \text{ g.}$

$$\text{D'où } r = \frac{2,5}{4,6} = 0,55$$

On obtient donc le polystyrène avec un rendement de 55 %.

Cette valeur de rendement n'est pas très élevée et peut s'expliquer par une perte de produit lors de la filtration ou par une réaction qui n'était pas finie au bout de 46 minutes.

Support pour l'appel n°4



Complément donné oralement à la fin de l'appel n°4



Observations

Ces observations et leur interprétation ne sont pas indispensables mais seront valorisées.

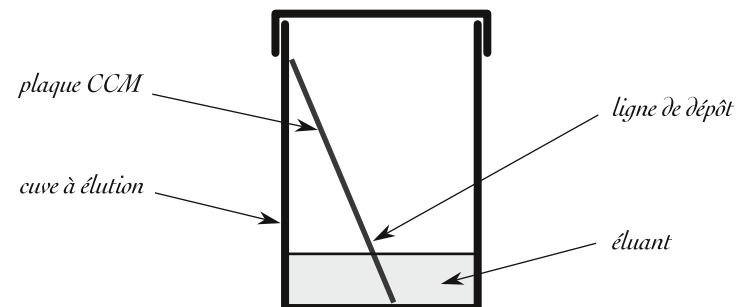


III. Détermination d'un encadrement de la masse molaire du polystyrène synthétisé par CCM

On cherche à déterminer un encadrement de la masse molaire du polystyrène obtenu par CCM. On va pour cela comparer l'éluion de notre produit à celle de trois polystyrènes de référence dont les masses molaires sont connues.

1. Protocole

- Éluant : 1,4-dioxane/heptane : 4,5/5 (rapports frontaux les plus espacés).
- Réalisation de la CCM : dépôt des trois références et du polystyrène (préalablement dissous) ; éluion ; révélation UV.



2. Complément

- On dissout 6 cg de polystyrène synthétisé dans 10 mL d'acétone.

3. Observations

On obtient pour les références des taches relativement ponctuelles alors que pour le produit synthétisé la tache est très étalée. Cela semble indiquer que le polystyrène synthétisé contient des macromolécules dont les masses molaires sont dispersées.

Résultats

Le candidat choisit la manière de présenter ses résultats expérimentaux : il peut coller ou recopier la CCM obtenue.



Exploitation

À nouveau, il doit impérativement prendre l'initiative d'interpréter la CCM obtenue pour conclure sur le problème posé.



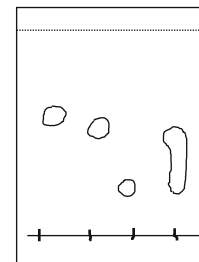
Conclusion

La partie III - communication orale - est faite uniquement à l'oral. Cependant, le candidat doit conclure sur le travail réalisé et proposer une ouverture (améliorations possibles, autre méthode, etc.).



Ce document a été conçu par le groupe de préparation de l'épreuve Manipulation du concours des ONC. La réalisation technique a été assurée par la coordination des Olympiades.

4. Résultats



- *Calculs des rapports frontaux :*
 - Pour $M = 5460 \text{ g.mol}^{-1}$, on trouve $R_f = 0,57$
 - Pour $M = 9650 \text{ g.mol}^{-1}$, on trouve $R_f = 0,49$
 - Pour $M = 159000 \text{ g.mol}^{-1}$, on trouve $R_f = 0,22$
 - Pour le polystyrène synthétisé, on trouve $0,22 \leq R_f \leq 0,49$

- Conclusion

On a synthétisé un polystyrène constitué de macromolécules dont les masses molaires sont comprises entre 9650 g.mol^{-1} et $159000 \text{ g.mol}^{-1}$.

Conclusion

En conclusion, nous avons réussi à synthétiser un polystyrène à partir de styrène commercial et d'une quantité catalytique d'AIBN.

Cependant, le rendement obtenu aurait peut-être pu être amélioré en chauffant plus longtemps le milieu réactionnel ou en utilisant un autre catalyseur, plus performant.

Le polystyrène obtenu présente une forte dispersion de masse molaire. Cela peut être un inconvénient pour son utilisation. On pourrait éventuellement chercher une autre voie de synthèse afin d'obtenir un polystyrène plus performant mais la synthèse risquerait alors d'être plus compliquée et/ou plus coûteuse.