

BACCALAURÉAT GÉNÉRAL

Épreuve pratique de l'enseignement de spécialité physique-chimie
Évaluation des Compétences Expérimentales

Cette situation d'évaluation fait partie de la banque nationale.

ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT

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

Cette situation d'évaluation comporte **cinq** pages sur lesquelles le candidat doit consigner ses réponses. Le candidat doit restituer ce document avant de sortir de la salle d'examen.

Le candidat doit agir en autonomie et faire preuve d'initiative tout au long de l'épreuve.

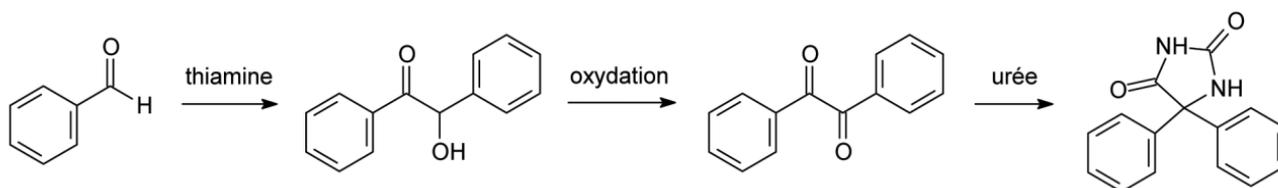
En cas de difficulté, le candidat peut solliciter l'examineur afin de lui permettre de continuer la tâche.

L'examineur peut intervenir à tout moment, s'il le juge utile.

L'usage de calculatrice avec mode examen actif est autorisé. L'usage de calculatrice sans mémoire « type collègue » est autorisé.

CONTEXTE DE LA SITUATION D'ÉVALUATION

La 5,5'-diphénylhydantoïne, aussi appelée phénantoïne, est notamment connue pour être utilisée pour le traitement de l'épilepsie. Elle peut être synthétisée en trois étapes à partir du benzaldéhyde selon le schéma suivant :



Benzaldéhyde

Benzoïne

Benzile

Phénantoïne

On s'intéresse dans ce sujet à l'étape de transformation de la benzoïne en benzile.

Le but de cette épreuve est de synthétiser le benzile et d'estimer la durée du reflux nécessaire à cette synthèse.

INFORMATIONS MISES À DISPOSITION DU CANDIDAT

Protocole de la synthèse du benzile

- Dans un ballon bicol de 250 mL, introduire une olive aimantée (ou quelques grains de pierres ponce), puis :

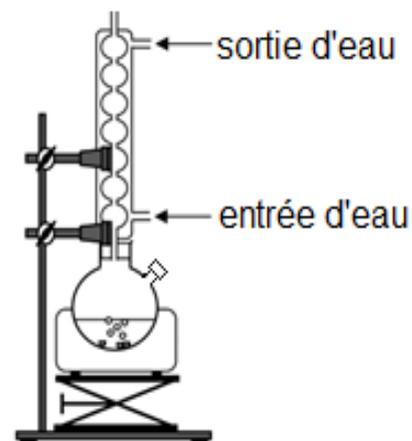
- 3,80 g d'acétate de cuivre monohydraté (**prépesé dans le bicol**) ;
- 2,00 g de benzoïne ;
- le contenu du flacon d'acide éthanoïque à 25% ;

- Boucher l'ouverture latérale du ballon bicol ;

- Ouvrir le robinet pour assurer une circulation d'eau dans le réfrigérant à boules ;

- Porter le mélange à reflux ;

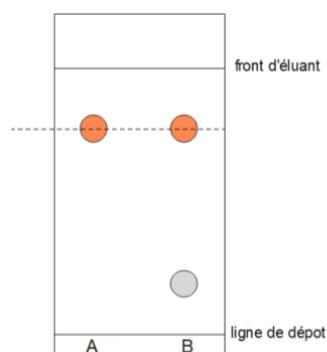
- Une fois le reflux atteint, attendre 5 minutes puis placer le ballon **très rapidement** dans un bain d'eau glacée.



Données de sécurité

Nom	Benzoïne	Acétate de cuivre monohydraté	Acide éthanoïque à 25 %	Benzile	Cyclohexane	Acétone
Formules	$C_{14}H_{12}O_2$	$C_4H_6CuO_4, H_2O$	$C_2H_4O_2$	$C_{14}H_{10}O_2$	C_6H_{12}	C_3H_6O
Pictogrammes de sécurité	/					

La chromatographie sur couche mince



La chromatographie sur couche mince est une technique de séparation et d'identification des constituants d'un mélange. Ainsi, lorsque deux substances chimiques éluent à la même hauteur dans les mêmes conditions expérimentales, on peut raisonnablement considérer qu'il s'agit de la même espèce.

Dans l'exemple ci-contre, on peut conclure que B est un mélange constitué de l'espèce A et d'une autre espèce chimique.

TRAVAIL À EFFECTUER

1. Mise en œuvre du protocole de synthèse du benzile (20 minutes conseillées)

Mettre en œuvre le protocole donné pour la synthèse du benzile jusqu'à l'étape « ouvrir le robinet pour assurer une circulation d'eau dans le réfrigérant à boules » comprise. **A faire expérimentalement.**

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

Poursuivre la mise en œuvre du protocole.
Durant les temps d'attente, répondre à la question 2.1.

2. La chromatographie sur couche mince (25 minutes conseillées)

2.1. On souhaite préparer $V_{\text{éluant}} = 12 \text{ mL}$ d'éluant dont la composition volumique est la suivante : 1/3 de cyclohexane et 2/3 d'éther diéthylique.

Calculer les volumes nécessaires de cyclohexane V_C et d'éther diéthylique V_E pour cette préparation.

$$V_C = \frac{1}{3} \times V_{\text{éluant}} = \frac{1}{3} \times 12 = 4 \text{ mL}$$

$$V_E = \frac{2}{3} \times V_{\text{éluant}} = \frac{2}{3} \times 12 = 8 \text{ mL}$$

APPEL n°2		
	Appeler le professeur pour lui présenter les calculs ou en cas de difficulté	

2.2. Sous une hotte aspirante, préparer l'éluant pour la chromatographie sur couche mince. Enlever le couvercle de la cuve de chromatographie, y verser l'éluant puis refermer. **A faire expérimentalement.**

2.3. Faire un dépôt, sur la plaque de silice fournie, avec :

- la benzoïne de départ (solution à 1 % dans l'acétone) ;
- le benzile commercial (solution à 1 % dans l'acétone) ;
- le mélange réactionnel à $t = 5 \text{ min}$ de reflux, après refroidissement. Pour cela, récupérer quelques gouttes du liquide à l'aide d'une pipette pasteur ainsi que quelques cristaux à l'aide d'une spatule et les placer dans un tube à hémolyse. Ajouter de l'acétone pour dissoudre un peu de solide.

Placer la plaque de silice dans la cuve. **A faire expérimentalement.**

Durant l'élution, répondre aux questions 3 de la partie 3.

Après élution, révéler à l'aide d'une lampe à ultraviolets. **A faire expérimentalement.**

2.4. Interpréter le chromatogramme obtenu. Formuler des hypothèses pouvant expliquer qu'il reste de la benzoïne.

A faire expérimentalement.

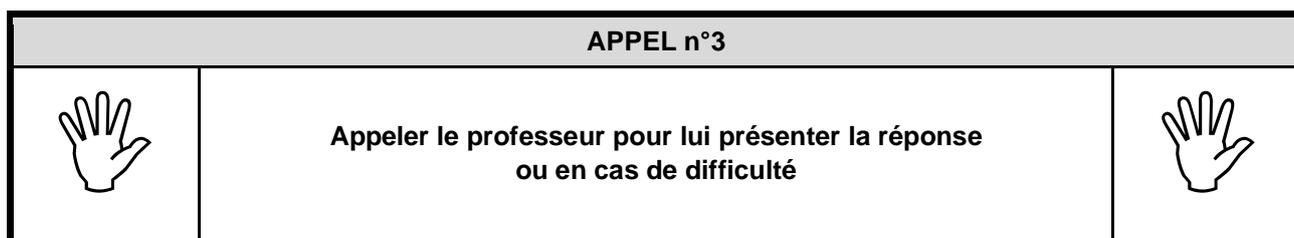
On obtient 2 taches :

- une tache correspondante à la benzoïne
- une tache correspondant au benzile

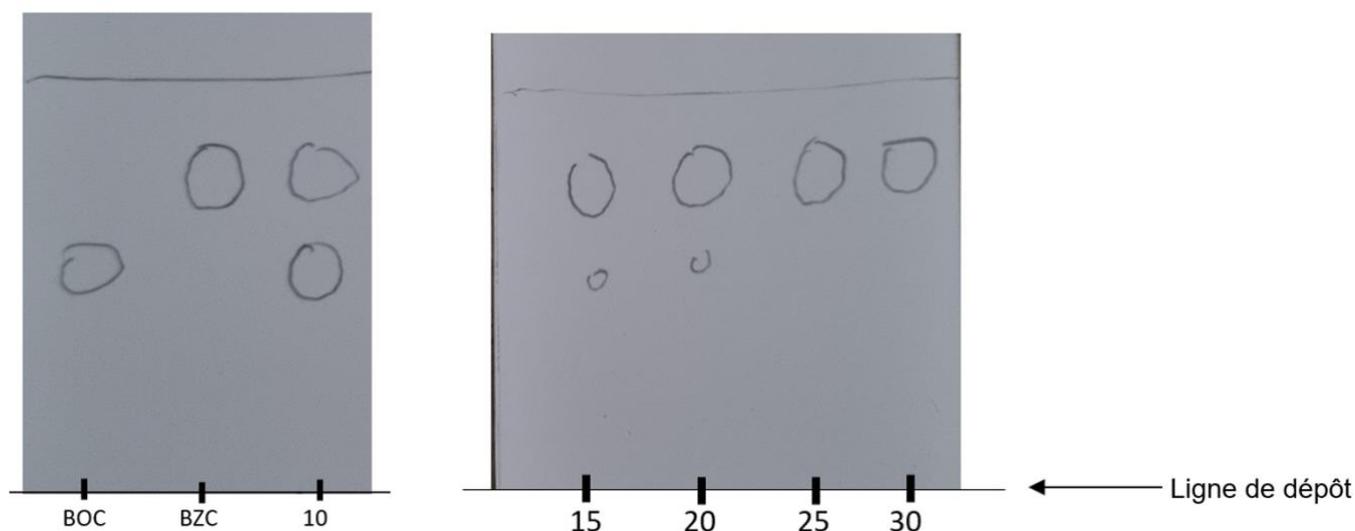
Ainsi, le produit attendu s'est bien formé, mais que la conversion n'est pas totale.

Hypothèses expliquant la présence de benzoïne

1. Temps de réaction insuffisant
2. La réaction n'est pas totale



On donne ci-dessous un chromatogramme avec les temps de reflux suivants : $t = 10$ min, 15 min, 20 min, 25 min et 30 min.



- BOC : benzoïne de départ (solution à 1 % dans l'acétone)
- BZC : benzile commercial (solution à 1 % dans l'acétone)
- 10, 15, 20, 25 et 30 : mélange réactionnel après 10, 15, 20, 25 et 30 minutes de reflux

2.5. À l'aide des chromatogrammes fournis, préciser en justifiant, l'hypothèse retenue à la question 2.4.

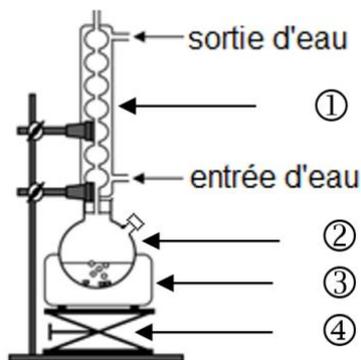
A partir de 25 min de réaction, il n'y a plus de tache correspondant à la benzoïne : la réaction est totale. On retient donc l'hypothèse question 2.4 « Temps de réaction insuffisant ».

2.6. Préciser, en justifiant, le temps de reflux à indiquer dans le protocole pour la mise en œuvre de cette synthèse.

Le temps de reflux à indiquer dans le protocole pour la mise en œuvre de cette synthèse est donc compris entre 20 et 25 min. On indiquera 25 min pour être sûr que la réaction soit finie.

3. Le montage à reflux (15 minutes conseillées)

Le montage du chauffage à reflux est schématisé ci-dessous :



3.1. Compléter le tableau ci-dessous :

Numéro	Légende
1	Réfrigérant à boules
2	Ballon bicol
3	Chauffe ballon
4	Support élévateur

3.2. Préciser les rôles des éléments du montage numérotés 1 et 4.

1 - Réfrigérant à boules : Il permet de condenser les vapeurs formées lors du chauffage du mélange réactionnel et de les renvoyer dans le ballon, évitant ainsi les pertes de matière.

4 - Support élévateur : Il permet d'ajuster la hauteur du chauffe-ballon et de retirer rapidement la source de chaleur en cas de besoin, notamment pour stopper la réaction en plaçant le ballon dans un bain d'eau glacée.

3.3. Expliquer pourquoi plonger le ballon dans un bain d'eau glacée à $t = 5$ min permet l'arrêt de la réaction.

Plonger le ballon dans un bain d'eau glacée à $t = 5$ min permet de diminuer la cinétique de la réaction chimique en baissant de température et ainsi permettre l'arrêt de la réaction.

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