

BACCALAURÉAT SÉRIE S**Épreuve de PHYSIQUE CHIMIE
Évaluation des Compétences Expérimentales****PREMIÈRE PARTIE****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. Première étape de la synthèse du 2-chloro-2-méthylbutane (10 minutes conseillées).....	7
2. Étude de la phase organique finale (20 minutes conseillées)	7
3. Poursuite de la mise en œuvre du protocole expérimental (20 minutes conseillées)	8
4. Mise en œuvre du protocole d'étude de la phase organique finale et conclusion (10 minutes conseillées)	8

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"> • initier la première étape de la synthèse considérée ; • choisir une technique d'analyse de la pureté d'un produit ; • mettre en œuvre les autres étapes de la synthèse (neutralisation, lavage, séchage...) ; • déterminer la valeur d'une densité et conclure quant à la pureté du produit obtenu.
Compétences évaluées Coefficients respectifs	<ul style="list-style-type: none"> • Analyser (ANA) : coefficient 2 • Réaliser (REA) : coefficient 3 • Valider (VAL) : coefficient 1
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. • Des lunettes et de gants de protection sont disposés sur le poste de travail. • Deux flacons de récupération sont mis à disposition du candidat. <p><u>Avant le début des épreuves</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • Dans un flacon étiqueté, avoir à disposition, pour les candidats ayant manqué la première étape, un mélange réactionnel obtenu après 20 minutes d'agitation. • Dans un erlenmeyer avec bouchon étiqueté, pour les candidats ayant manqué l'une des étapes, avoir à disposition un mélange réactionnel final obtenu après l'étape 4, contenant le sulfate de magnésium anhydre. <p><u>Entre les prestations de deux candidats</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • Faire l'appoint des différentes solutions. • Changer l'erlenmeyer de 250 mL ; y verser 40 mL d'acide chlorhydrique à 37 % en masse et y déposer un barreau aimanté. • Remplacer un flacon de sulfate de magnésium anhydre sur le poste de travail.
Déroulement de l'épreuve. Gestion des différents appels.	<p><u>Minutage conseillé</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • Première étape de la synthèse du 2-chloro-2-méthylbutane (10 minutes) • Proposer une méthode d'identification et de vérification de pureté (20 minutes) • Mettre en œuvre les étapes suivantes du protocole (20 minutes) • Exploiter et interpréter la mesure de la densité (10 minutes) <p><u>Il est prévu 3 appels obligatoires et un appel facultatif de la part du candidat.</u></p> <ul style="list-style-type: none"> • Lors de l'appel 1, l'évaluateur vérifie le montage qui lui est proposé. • Lors de l'appel 2, l'évaluateur vérifie la cohérence des propositions du candidat. • Lors de l'appel 3, l'évaluateur vérifie que le dégazage est effectué dans des conditions de sécurité adéquates. <p>Le reste du temps, l'évaluateur observe le candidat en continu.</p>

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 des modifications dans le déroulement de l'évaluation

Paillasse candidats

- une calculatrice type « collègue » ou un ordinateur avec fonction « calculatrice »
- une pissette d'eau distillée
- un chronomètre
- un agitateur magnétique
- un erlenmeyer de 250 mL avec son bouchon contenant initialement 40 mL d'acide chlorhydrique à 37% en masse et un barreau aimanté
- un support et une noix pour l'erlenmeyer de 250 mL
- un réfrigérant droit à air adapté à l'erlenmeyer précédent
- un flacon étiqueté contenant 50 mL de 2-méthylbutan-2-ol
- un flacon étiqueté contenant 50 mL d'une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium (soit environ 9 % en masse)
- un flacon étiqueté contenant 3,0 g de sulfate de magnésium anhydre + une spatule
- un erlenmeyer de 100 mL avec son bouchon
- une ampoule à décanter avec son bouchon et un support adapté
- un entonnoir à liquide bouché avec un peu de coton de verre
- deux béchers de 100 mL
- une éprouvette graduée de 50 mL
- trois éprouvettes graduées de 25 mL
- deux pipettes en plastique
- une tige aimantée pour barreau aimanté
- une balance au centième de gramme
- une paire de lunettes de sécurité et des gants
- un bidon de récupération de la phase aqueuse étiqueté « recyclage de la phase aqueuse »
- un bidon de récupération de la phase organique étiqueté « recyclage de la phase organique »
- un stylo pour écrire sur le verre

Paillasse professeur

- un flacon de 2-méthylbutan-2-ol de réserve
- un erlenmeyer contenant 40 mL d'acide chlorhydrique à 37% en masse de réserve
- un flacon d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium saturée
- un pot de sulfate de magnésium anhydre de réserve et une spatule
- mélange réactionnel obtenu après 20 minutes d'agitation dans un erlenmeyer avec bouchon étiqueté « mélange réactionnel après étape 1 » (un flacon de secours par poste)
- mélange réactionnel final obtenu après l'étape 4 (contenant le sulfate de magnésium anhydre) dans un erlenmeyer avec bouchon étiqueté « mélange réactionnel après étape 4 » (1 flacon par poste)
- une boîte de gants

Documents mis à disposition des candidats

- quelques grandeurs physicochimiques de trois molécules organiques
- équation chimique d'une réaction parasite
- les différentes étapes du protocole à mettre en œuvre

Particularités du sujet, conseils de mise en œuvre :

- La manipulation a été conçue pour être réalisée sans hotte mais son utilisation est toutefois recommandée.
- La première phase aqueuse doit impérativement être collectée avec précaution dans le bidon de recyclage.

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.

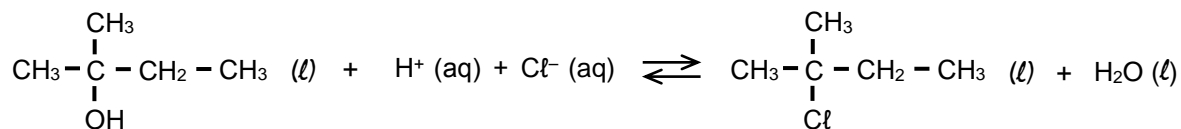
Le candidat doit agir en autonomie et faire preuve d'initiative tout au long de l'épreuve. En cas de difficulté, le candidat peut solliciter l'examineur afin de lui permettre de continuer la tâche. L'examineur peut intervenir à tout moment, s'il le juge utile.

L'utilisation d'une calculatrice ou d'un ordinateur autres que ceux fournis n'est pas autorisée.

CONTEXTE DU SUJET

Les dérivés halogénés sont des molécules qui peuvent être utilisées comme anesthésiques, insecticides ou pesticides. Ce sont également des solvants ou des intermédiaires de synthèse très employés au laboratoire et dont les rejets doivent être limités pour éviter les pollutions environnementales.




Il est possible d'obtenir certains dérivés halogénés à partir d'alcools. C'est ainsi que le 2-méthylbutan-2-ol réagit avec l'acide chlorhydrique concentré pour produire du 2-chloro-2-méthylbutane selon la réaction de substitution d'équation suivante :



Un technicien doit mettre en œuvre cette synthèse. Il affirme toutefois qu'avec le protocole proposé, il n'obtiendra au final pas seulement le dérivé chloré, mais un mélange de trois produits organiques.

Le but de l'épreuve est de mettre en œuvre la synthèse du 2-chloro-2-méthylbutane et d'étudier la composition de la phase organique finale pour vérifier l'affirmation du technicien.

DOCUMENTS MIS À DISPOSITION DU CANDIDAT**Document 1 : Données physico-chimiques**

	Eau	2-méthylbutan-2-ol	2-méthylbut-2-ène	2-chloro-2-méthylbutane
Densité à 25 °C	1,00	0,806	0,662	0,866
Miscibilité avec l'eau	oui	non	non	non
Test avec le nitrate d'argent alcoolique	négatif	négatif	négatif	positif : précipité blanc
Pictogrammes de sécurité	–			

Masse volumique de l'eau à 25 °C : ρ (eau) = 1,00 g.mL⁻¹.

Complément concernant l'acide chlorhydrique à 37 % :

Pictogrammes :

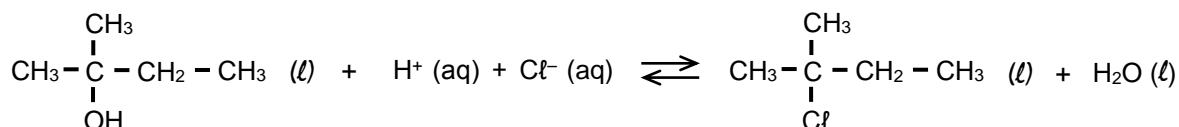
Phrases de danger : H314 : provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves ;
H335 : peut irriter les voies respiratoires.

L'utilisation de gants adaptés et de lunettes de protection est donc nécessaire.

Miscibilité dans l'eau : l'acide chlorhydrique est miscible en toutes proportions dans l'eau.

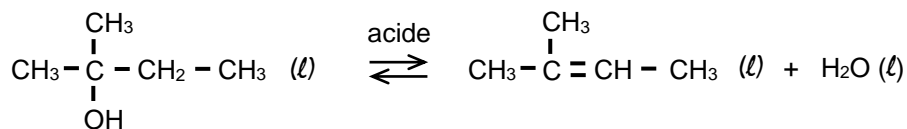
Document 2 : Réaction de substitution

Le 2-méthylbutan-2-ol réagit avec l'acide chlorhydrique concentré pour produire le 2-chloro-2-méthylbutane selon une réaction non totale d'équation :

**Document 3 : Réactions d'élimination possibles en milieu acide**

Les réactions de substitution peuvent être concurrencées par des réactions d'élimination.

Par exemple, en présence d'un acide, le 2-méthylbutan-2-ol perd une molécule d'eau et forme majoritairement le 2-méthylbut-2-ène selon une réaction non totale d'équation suivante :



Remarque : il se forme également le 2-méthylbut-1-ène, produit minoritaire dont on ne tiendra pas compte pour la suite du sujet.

Document 4 : Protocole de synthèse du 2-chloro-2-méthylbutane**Étape 1**

- Fixer à une potence l'erlenmeyer de 250 mL initialement bouché et contenant 40 mL de solution concentrée à 37% en masse d'acide chlorhydrique ainsi qu'un barreau aimanté.
- Avec précaution, introduire dans cet erlenmeyer 15 mL de 2-méthylbutan-2-ol puis adapter un réfrigérant à air.
- Placer l'ensemble sur un agitateur magnétique puis agiter 20 minutes.

Étape 2

Ôter le barreau aimanté à l'aide de la baguette adaptée et transvaser le mélange dans une ampoule à décanter. Laisser le mélange décanter jusqu'à séparation des phases puis éliminer la phase aqueuse.

Étape 3

Afin de neutraliser l'acide chlorhydrique en excès, ajouter lentement 25 mL d'une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium $\text{Na}^+(\text{aq}) + \text{HCO}_3^-(\text{aq})$. **Attention au fort dégagement gazeux.** Boucher l'ampoule et agiter en dégazant très régulièrement.

Après décantation, éliminer la phase aqueuse, puis laver la phase organique avec 20 mL d'eau distillée.

Étape 4

Recueillir la phase organique dans un erlenmeyer sec et introduire tout le sulfate de magnésium anhydre contenu dans le flacon pour sécher cette phase.

Étape 5

Filtrer le liquide obtenu sur coton de verre à l'aide d'un entonnoir et recueillir le filtrat dans une éprouvette de 25 mL sèche et préalablement pesée.



Matériel mis à disposition du candidat

- une calculatrice type « collègue » ou un ordinateur avec fonction « calculatrice »
- une pissette d'eau distillée
- un chronomètre
- un agitateur magnétique
- un erlenmeyer de 250 mL avec son bouchon contenant initialement 40 mL d'acide chlorhydrique à 37% en masse et un barreau aimanté
- un support et une noix pour l'erlenmeyer de 250 mL
- un réfrigérant droit à air adapté à l'erlenmeyer précédent
- un flacon étiqueté contenant 50 mL de 2-méthylbutan-2-ol
- un flacon étiqueté contenant 50 mL d'une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium (soit environ 9 % en masse)
- un flacon étiqueté contenant 3,0 g de sulfate de magnésium anhydre
- une spatule
- un erlenmeyer de 100 mL avec son bouchon
- une ampoule à décanter avec son bouchon et un support adapté
- un entonnoir à liquide bouché avec un peu de coton de verre
- des éléments de verrerie : béchers, éprouvettes...
- pipettes en plastique
- une tige aimantée pour barreau aimanté
- une balance au centième de gramme
- une paire de lunettes de sécurité et des gants
- un bidon de récupération de la phase aqueuse étiqueté « recyclage de la phase aqueuse »
- un bidon de récupération de la phase organique étiqueté « recyclage de la phase organique »
- un stylo pour écrire sur le verre

TRAVAIL À EFFECTUER**1. Première étape de la synthèse du 2-chloro-2-méthylbutane** (10 minutes conseillées)

Mettre en œuvre l'étape 1 du protocole de synthèse du document 4.

Attention, pendant les 20 minutes d'agitation, traiter les questions du paragraphe n°2.

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

2. Étude de la phase organique finale (20 minutes conseillées)

On souhaite vérifier que la phase organique finale obtenue est bien du 2-chloro-2-méthylbutane pur.

Dresser la liste de toutes les espèces chimiques susceptibles d'être présentes à la fin de la synthèse dans la phase organique.

D'après le document 2, la réaction se fait entre le 2-méthylbutan-2-ol et l'acide chlorhydrique et permet la formation de 2-chloro-2-méthylbutane.

Or le document 3 nous indique qu'en présence d'un acide (l'acide chlorhydrique en étant un), le 2-méthylbutan-2-ol permet la production du 2-méthylbut-2-ène.

➤ **RAPPEL 1 : On ne tient pas compte du 2-méthylbut-1-ène produit également minoritairement.**

L'acide chlorhydrique est également présent mais d'après le document 4, il est éliminé. (Etape 3)

Dans les étapes 4&5 du protocole, on sèche la phase puis on la filtre. Il doit donc ne plus rester que les espèces chimiques surlignées en **GRIS**

Expliquer pourquoi un test positif au nitrate d'argent alcoolique ne permet pas de conclure quant à la pureté du produit obtenu en fin de synthèse.

Le test positif au nitrate d'argent alcoolique révèle seulement la présence du 2-chloro-2-méthylbutane. Mais on ne vérifie pas la présence des espèces chimiques citées dans la question précédente, on ne peut donc pas affirmer que le produit formé est pur.



À partir du matériel disponible sur la paillasse et du document 1, proposer un protocole permettant de savoir si la phase organique obtenue est bien du 2-chloro-2-méthylbutane et de vérifier sa pureté. Décrire les différentes étapes pour mettre en œuvre ce protocole.

- 1) On pèse la masse d'une éprouvette de 25 mL, sèche (Elle ne doit rien contenir -> pas de gouttes d'eau).
- 2) On suit le protocole du document 4 et on utilise un bécher **PROPRE ET SEC** au lieu de l'éprouvette à l'étape 5 du protocole.
- 3) On transvase un volume V [à vous de choisir] de la phase organique du bécher dans l'éprouvette préalablement pesée. (**! Il doit rester un peu de solution dans le bécher, ne videz pas TOUT.**)
- 4) Puis on réalise un test au nitrate d'argent alcoolique dans la phase restante dans le bécher.

Ce dernier doit normalement être positif (présence d'un précipité blanc)

- 5) On pèse avec la balance l'éprouvette et son contenant (le volume V de phase organique)
- 6) On déduit la pureté en utilisant la densité du 2-chloro-2-méthylbutane fournie dans le document 1 et la densité expérimentale de la phase. (Grâce à la différence de masse)



(masse éprouvette + contenant – masse éprouvette vide)

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

3. Poursuite de la mise en œuvre du protocole expérimental (20 minutes conseillées)

Mettre en œuvre les étapes 2, 3, 4 et 5 du protocole expérimental de synthèse du document n°4.

Attention, aucun liquide ne sera versé à l'évier. Chacun sera récupéré dans le flacon de recyclage adapté.

APPEL n°3		
	Appeler le professeur lors de la mise en œuvre de l'étape 3 du protocole expérimental ou en cas de difficulté dans une autre étape.	

4. Mise en œuvre du protocole d'étude de la phase organique finale et conclusion (10 minutes conseillées)

À l'aide du matériel disponible, mettre en œuvre le protocole proposé dans la partie 2 afin de déterminer si la phase organique obtenue à l'issue de l'étape 5 est composée uniquement de 2-chloro-2-méthylbutane.

À partir du résultat obtenu, conclure quant à l'affirmation du technicien.

Après avoir réalisé le protocole indiqué plus haut (et donc le test au nitrate d'argent alcoolique), on vérifie la pureté de la phase organique.

Attention, les valeurs indiquées en GRIS varient et ne sont pas réelles et dépendent de votre expérience, ne soyez pas surpris si vous trouvez un résultat tout autre lors de votre ECE.

Lorsqu'on a pesé la masse de l'éprouvette vide, on avait $m_{\text{éprouvette vide}} = 12,00\text{g}$

➤ (Prenez le plus de décimales possibles indiquées sur la balance)

On a ajouté 20 mL de phase organique dans l'éprouvette. (A vous de choisir le volume)

On pèse de nouveau cette dernière avec le contenant, on a $m_{\text{éprouvette + contenant}} = 31,00\text{g}$

On calcule l'écart entre nos deux valeurs :

$$m_{\text{contenant}} = m_{\text{éprouvette + contenant}} - m_{\text{éprouvette vide}} = 31 - 12 = 19,00\text{g}$$

$$\rho(\text{liq}) = \frac{m}{V} = \frac{19}{20} = 0,95\text{ g.mL}^{-1}$$

$$d(\text{liq}) = \frac{\rho(\text{liq})}{\rho(\text{eau})} = \frac{0,95}{1,00} = 0,95 \quad \text{avec } \rho(\text{eau}) = 1,00\text{ g.mL}^{-1} \text{ (Indiqué sur l'énoncé)}$$



Calcul d'écart relatif :

$$\frac{|d(\text{théo}) - d(\text{exp})|}{d(\text{théo})} \times 100 = \frac{|0,866 - 0,95|}{0,866} \times 100 \cong 9,70\%$$

théo : théorique Vous devez au moins trouver un écart de 5% avec $d(\text{théo}) < d(\text{exp})$

exp : expérimental

Un tel écart montre que la phase organique n'est pas composée uniquement de 2-chloro-2-methylbutane. L'affirmation du technicien est donc vraie. (Pensez à rappeler les 3 espèces présentes)

APPEL FACULTATIF		
	Appeler le professeur en cas de difficulté	

Défaire le montage, éliminer chaque phase dans les flacons de recyclage et ranger la paille avant de quitter la salle.