

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 **quatre** 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

L'acide benzilique est utilisé dans la fabrication de produits pharmaceutiques, par exemple pour obtenir le bromure de clidinium qui permet notamment de soulager les crampes et les douleurs abdominales.

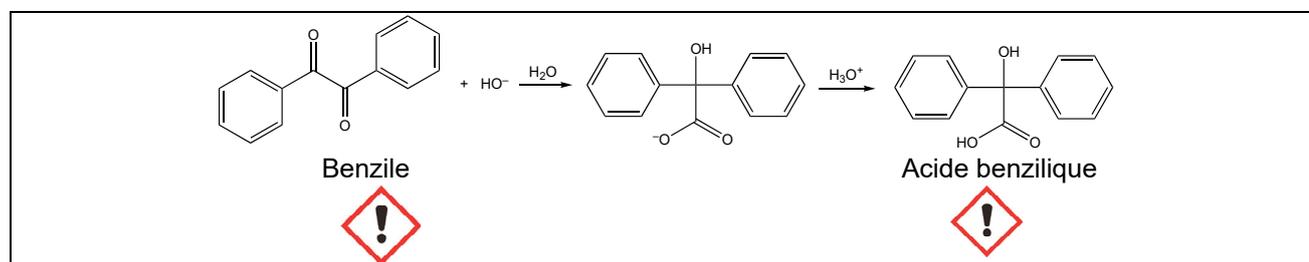
Une partie du protocole expérimental de la synthèse de l'acide benzilique a été mise en œuvre mais pas la totalité. Il s'agit de finaliser la mise en œuvre du protocole afin d'obtenir le produit souhaité.

Le but de cette épreuve est d'isoler l'acide benzilique issu d'une étape de synthèse.

INFORMATIONS MISES À DISPOSITION DU CANDIDAT**Protocole expérimental**

Le protocole suivant constitue la première étape de la synthèse de l'acide benzilique. Il a déjà été mis en œuvre :

- Dans un ballon monocol de 100 mL, introduire 20 mL de la solution S_0 composée de 12,5 mL d'éthanol, 10 mL d'eau et de 5 g d'hydroxyde de potassium.
- Ajouter 2,8 g de benzile puis un barreau aimanté.
- Adapter sur le ballon un réfrigérant à boules puis porter à reflux.
- Maintenir le reflux pendant 10 minutes.
- Laisser refroidir à température ambiante.

Équation de la réaction de synthèse de l'acide benzilique**Données utiles**

Espèces chimiques	Benzile	Acide benzilique
Solubilité dans l'eau à température ambiante	Très faible	Très faible
Solubilité dans l'éthanol à température ambiante	Grande	Grande
Solubilité dans l'eau glacée	Très faible	Très faible
T_{fusion}	94,8 °C	150 °C

Température d'ébullition de l'éthanol : $T_{éb} = 78\text{ °C}$

TRAVAIL À EFFECTUER**1. Élimination de l'éthanol** (20 minutes conseillées)

1.1. À partir des informations mises à disposition, indiquer le rôle de l'éthanol dans la synthèse de l'acide benzilique.

-L'éthanol va réagir avec le benzile pour donner une espèce chimique qui, en milieu acide, se transformera en acide benzilique.

Préciser pourquoi il est nécessaire d'éliminer cet éthanol du contenu du ballon issu de la première étape de synthèse.

À l'issue de l'étape finale de cette synthèse, on souhaite récupérer idéalement de l'acide benzilique pur. On doit donc éliminer toute trace de solvant, dans ce cas l'éthanol qui est le réactif en excès dans cette réaction.

1.2. Proposer un protocole expérimental permettant d'éliminer l'éthanol contenu dans le ballon issu de la première étape de synthèse.

~~On peut procéder à une distillation fractionnée. En effet, on continue de chauffer le mélange précédent. Une fois la température d'ébullition de l'éthanol atteinte (on le verra grâce au thermomètre fixé sur la colonne de vigreux), l'éthanol gazeux va se liquéfier. Les gouttes d'éthanol vont traverser la colonne de vigreux pour être recueillies dans un erlenmeyer. Une fois cette température dépassée, on récupère l'erlenmeyer. L'éthanol a donc été éliminé du mélange réactionnel.~~

Préciser comment savoir quand l'éthanol aura totalement été éliminé.

~~Lorsque sa température d'ébullition sera bien dépassée, et donc, quand on ne verra plus de gouttes recueillies dans l'erlenmeyer.~~

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

1.3. Mettre en œuvre le protocole proposé.

2. Obtention du solide (20 minutes conseillées)

2.1. Mettre en œuvre le protocole suivant :

- une fois que l'éthanol a été éliminé du ballon, arrêter le chauffage ;
- ajouter 50 mL d'eau distillée dans le ballon afin de bien dissoudre le solide qui y est présent ;
- transvaser le contenu du ballon dans un bécher plongé dans le bain d'eau glacée ;
- ajouter avec précaution environ 20 mL d'une solution d'acide chlorhydrique à 1 mol·L⁻¹, jusqu'à l'obtention d'un précipité blanchâtre ;
- à l'aide d'un papier pH, vérifier que le pH est inférieur à 2. Si ce n'est pas le cas poursuivre l'ajout de la solution d'acide chlorhydrique.

2.2. L'acide benzilique obtenu à l'issue de l'ajout de l'acide chlorhydrique doit être filtré sur Büchner. Parmi les trois solvants suivants : éthanol, eau et eau glacée, préciser lequel paraît le plus adapté pour le lavage.

~~L'acide benzilique étant très peu soluble dans l'eau à température ambiante et dans l'eau glacée, ces deux solvants conviennent pour le lavage. Cependant, il faudrait mieux utiliser l'eau glacée pour diminuer la température du benzyle éventuellement restant et dans lequel l'acide benzilique est soluble.~~

APPEL n°2		
	Appeler le professeur pour lui présenter le choix du solvant ou en cas de difficulté	

2.3. Mettre en œuvre le protocole de filtration sur Büchner.

3. Analyse (20 minutes conseillées)

3.1. Mettre en œuvre le protocole de chromatographie suivant :

- dissoudre une pointe de spatule de produit obtenu avec 1 mL d'acétone dans un petit flacon ;
- sur une plaque de silice, faire un dépôt du produit obtenu ainsi que des références de benzile et d'acide benzilique fournies ;
- déposer la plaque de silice dans la cuve qui contient déjà l'éluant ;
- après élution, sécher la plaque et la révéler aux UV.

APPEL n°3		
	Appeler le professeur pour lui présenter les résultats expérimentaux ou en cas de difficulté	

3.2. En analysant le chromatogramme obtenu, indiquer s'il faut procéder à une purification du produit obtenu. Justifier.

Après révélation du chromatogramme sous lampe UV, on doit voir la formation d'une seule tâche au dessus du dépôt de benzile de référence, de même pour l'acide benzilique de référence.

En ce qui concerne l'acide benzilique synthétisé, deux cas de figure sont possibles, si :

-En analysant verticalement le chromatogramme, on aperçoit la présence de plus d'une tâche au dessus du dépôt d'acide benzilique (synthétique) dissous, alors le produit n'est pas pur, il s'agit d'un mélange. Il faudrait donc procéder à une purification.

-En analysant verticalement le chromatogramme, on aperçoit une unique tâche, alors le produit synthétisé est pur. Si celle-ci est présente au même niveau que celle formée au niveau du dépôt d'acide benzilique de référence, le produit formé est donc de l'acide benzilique pur. Si la tâche est formée au niveau du benzile ou autre, alors l'espèce synthétisée ne correspond pas à l'acide benzilique.

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