

**BACCALAURÉAT SÉRIE S**

**Épreuve de PHYSIQUE CHIMIE**

**Évaluation des Compétences Expérimentales**

### Sommaire

I. DESCRIPTIF DU SUJET DESTINÉ AUX PROFESSEURS .....	2
II. LISTE DE MATÉRIEL DESTINÉE AUX ÉVALUATEURS ET AU PERSONNEL DE LABORATOIRE .....	3
III. ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT .....	4
1. Proposition d'un protocole expérimental d'extraction simple (20 minutes conseillées) .....	7
2. Mise en œuvre du protocole d'extraction simple (10 minutes conseillées) .....	7
3. Titrage de l'acide benzoïque restant dans la phase aqueuse (20 minutes conseillées) .....	8
4. Comparaison entre l'extraction double et l'extraction simple (10 minutes conseillées) .....	8

## I. DESCRIPTIF DU SUJET DESTINÉ AUX PROFESSEURS

Tâches à réaliser par le candidat	<p>Dans ce sujet, le candidat doit :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• choisir un solvant permettant de réaliser une extraction liquide-liquide ;</li> <li>• élaborer un protocole expérimental correspondant à cette extraction ;</li> <li>• suivre un protocole expérimental pour réaliser un titrage colorimétrique ;</li> <li>• exploiter les résultats afin de valider une stratégie de synthèse.</li> </ul>
Compétences évaluées Coefficients respectifs	<p>Cette épreuve permet d'évaluer les compétences :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Analyser (<b>ANA</b>) : coefficient <b>2</b></li> <li>• Réaliser (<b>RÉA</b>) : coefficient <b>3</b></li> <li>• Valider (<b>VAL</b>) : coefficient <b>1</b></li> </ul>
Préparation du poste de travail	<p><u>Avant le début des épreuves</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Connecter l'agitateur magnétique au secteur avant l'arrivée du candidat.</li> <li>• Préparer une solution aqueuse saturée d'acide benzoïque et déterminer sa concentration.</li> <li>• Déterminer la concentration d'acide benzoïque dans la phase aqueuse après une extraction simple.</li> <li>• Déterminer la concentration d'acide benzoïque dans la phase aqueuse après une extraction double.</li> <li>• Vérifier que les trois solvants extracteurs sont placés sous la hotte avant la venue des candidats.</li> </ul>
Déroulement de l'épreuve. Gestion des différents appels.	<p><u>Minutage conseillé</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Proposition d'un protocole expérimental d'extraction simple (<b>20 minutes conseillées</b>)</li> <li>• Mise en œuvre du protocole d'extraction simple (<b>10 minutes conseillées</b>)</li> <li>• Titrage de l'acide benzoïque restant dans la phase aqueuse (<b>20 minutes conseillées</b>)</li> <li>• Comparaison entre l'extraction double et l'extraction simple (<b>10 minutes conseillées</b>)</li> </ul> <p><u>Il est prévu deux appels obligatoires de la part du candidat.</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Lors de l'appel 1</b>, l'évaluateur vérifie le choix du solvant, le protocole expérimental d'extraction simple et la position des phases.</li> <li>• <b>Lors de l'appel 2</b>, l'évaluateur vérifie le volume versé à l'équivalence.</li> </ul> <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> <p>L'évaluateur aura préparé une solution de secours, issue de l'extraction qu'il aura faite de l'acide benzoïque par l'éthanoate d'éthyle.</p>

## II. LISTE DE MATÉRIEL DESTINÉE AUX ÉVALUATEURS ET AU PERSONNEL 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 calculatrice type « collègue » ou un ordinateur avec fonction « calculatrice »
- une pissette d'eau distillée
- un flacon contenant une solution aqueuse saturée d'acide benzoïque préparée, étiqueté « solution aqueuse saturée d'acide benzoïque »
- un flacon contenant une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium de concentration  $2,5 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$ , étiqueté « solution aqueuse d'hydroxyde de sodium de concentration  $2,5 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$  »
- un flacon contenant une solution alcoolique de bleu de thymol (0,4 g à compléter à 1 L avec de l'éthanol), étiqueté « bleu de thymol »
- une ampoule à décanter avec son bouchon et un support adapté
- quatre béchers de 100 mL
- une éprouvette graduée de 25 mL
- une éprouvette graduée de 50 mL
- une burette graduée
- une pipette jaugée de 10,0 mL
- une poire à pipeter
- trois pipettes simples en plastique
- un agitateur magnétique et un barreau aimanté
- trois erlenmeyers de 100 mL dont un avec un bouchon
- un flacon en verre étiqueté « poubelle pour récupérer l'ensemble des déchets »
- un entonnoir
- un marqueur pour la verrerie
- des lunettes de sécurité
- des gants

**Sous la hotte**

- un flacon contenant du dichlorométhane, étiqueté « dichlorométhane »
- un flacon contenant de l'éthanol, étiqueté « éthanol »
- un flacon contenant de l'éthanoate d'éthyle, étiqueté « éthanoate d'éthyle »

**Paillasse professeur**

Un flacon contenant la phase aqueuse obtenue après l'extraction simple de la solution saturée d'acide benzoïque, pour les candidats n'arrivant pas à réaliser l'extraction simple.

**Particularités du sujet, conseils de mise en œuvre**

Préparation de la solution aqueuse saturée d'acide benzoïque ( $C = 3 \text{ g.L}^{-1}$ ) :

- réaliser la dissolution ;
- filtrer pour obtenir une solution limpide et mettre en flacon ;
- placer une étiquette sur le flacon : « solution aqueuse saturée d'acide benzoïque ».

Il est souhaitable de titrer la solution aqueuse saturée par une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium de concentration  $2,0 \times 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$  pour vérifier que la quantité de matière présente dans 10,0 mL est proche de  $2,4 \times 10^{-4} \text{ mol}$  (sinon adapter le document 3 de la fiche III)

## 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**

Lors de l'élaboration d'un protocole d'une synthèse organique, il convient de choisir les conditions opératoires aboutissant au meilleur rendement possible. Les aspects liés à la sécurité, au coût et à la protection de l'environnement doivent être aussi pris en compte.

On s'intéresse ici à un procédé fréquemment utilisé dans les laboratoires : l'extraction liquide-liquide. L'extraction liquide-liquide utilise deux solvants non miscibles. Elle permet de transférer des espèces chimiques d'un solvant initial vers un solvant extracteur, dans lequel elles sont davantage solubles.

On dispose d'une solution aqueuse saturée d'acide benzoïque. On souhaite extraire l'acide benzoïque de la phase aqueuse à l'aide d'un solvant extracteur approprié.

Deux types d'extraction sont possibles :

- Une extraction simple : on introduit dans un récipient adapté 40 mL de la solution aqueuse saturée en acide benzoïque et on ajoute 20 mL de solvant extracteur. On réalise l'extraction liquide-liquide en récupérant la phase aqueuse dans un erlenmeyer et la phase organique dans un second erlenmeyer, ensuite bouché.
- Une extraction double : on répète l'opération d'extraction. On extrait une première fois 40 mL de la solution aqueuse saturée en acide benzoïque avec 10 mL de solvant extracteur. On récupère la phase aqueuse et on recommence l'extraction avec 10 mL de solvant extracteur.

**Le but de l'épreuve est de montrer l'intérêt de l'extraction double par rapport à l'extraction simple.**

**DOCUMENTS MIS À DISPOSITION DU CANDIDAT****Document 1 : Solubilité de l'acide benzoïque dans divers solvants**

	Eau	Dichlorométhane	Éthanol	Éthanoate d'éthyle
densité	1,00	1,33	0,789	0,920
miscibilité avec l'eau	oui	non	oui	non
solubilité de l'acide benzoïque	faible	grande	grande	grande
pictogrammes de sécurité	-			

**Document 2 : Titrage de l'acide benzoïque restant dans la solution aqueuse après l'extraction simple**

Avant l'extraction simple, la quantité de matière  $n_{A\text{ initial}}$  d'acide benzoïque présente dans 10,0 mL de solution aqueuse est égale à  $2,4 \times 10^{-4}$  mol.

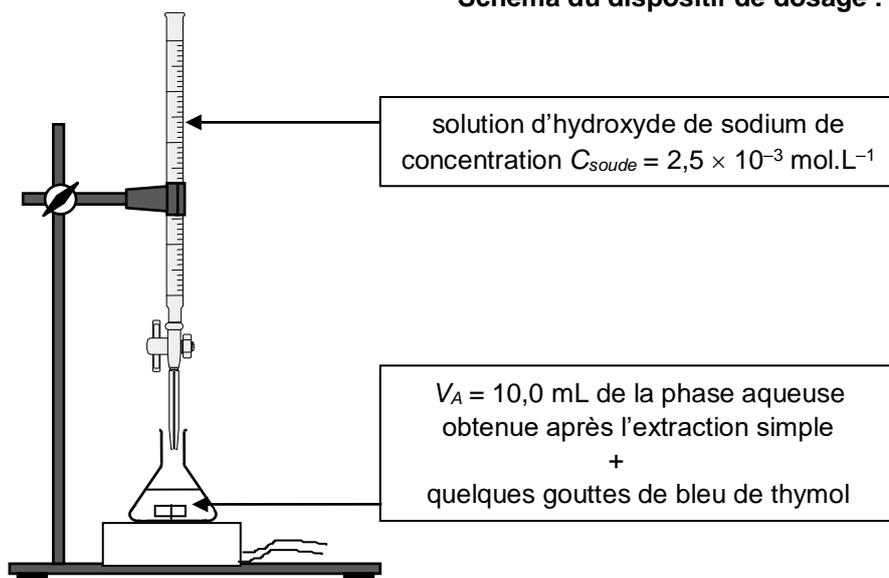
Pour évaluer la quantité de matière  $n_{A\text{ restant } 1}$  d'acide benzoïque restant dans la phase aqueuse après extraction simple, on procède à un dosage par titrage.

Pour cela, on dose un volume  $V_A = 10,0$  mL de la phase aqueuse contenant des traces d'acide benzoïque par une solution d'hydroxyde de sodium ( $\text{Na}^+(\text{aq}) + \text{HO}^-(\text{aq})$ ) de concentration  $C_{\text{soude}} = 2,5 \times 10^{-3}$  mol.L<sup>-1</sup>. On ajoute quelques gouttes de bleu de thymol dans le mélange réactionnel.

Réaction support du titrage acido-basique :  $\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2\text{H}(\text{aq}) + \text{HO}^-(\text{aq}) \rightarrow \text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2^-(\text{aq}) + \text{H}_2\text{O}(\ell)$ .

Le volume à l'équivalence  $V_E$  est déterminé par le changement de couleur du bleu de thymol (jaune à bleu).

La détermination du volume à l'équivalence permet de calculer la quantité de matière d'acide benzoïque restant dans le volume prélevé :  $n_{A\text{ restant } 1} = C_{\text{soude}} \cdot V_E$ .

**Schéma du dispositif de dosage :**

**Document 3 : Résultats du titrage après une extraction double**

On titre un volume  $V_A = 10,0$  mL de la phase aqueuse résultant de l'extraction double avec une solution d'hydroxyde de sodium de concentration  $C_{\text{soude}} = 2,5 \times 10^{-3}$  mol.L<sup>-1</sup>.

Le changement de couleur du bleu de thymol a lieu pour un volume équivalent d'hydroxyde de sodium versé  $V_{E2} = 4,1$  mL.

	avant l'extraction	après une extraction double
quantité de matière d'acide benzoïque présente dans 10,0 mL de solution aqueuse	$n_{A \text{ initial}} = 2,4 \times 10^{-4}$ mol	$n_{A \text{ restant } 2} = 1,0 \times 10^{-5}$ mol

**Document 4 : Rendement d'une extraction**

Le rendement  $R$  de l'extraction est défini comme le quotient de la quantité de matière d'acide benzoïque extrait  $n_{A \text{ extrait}}$  par la quantité de matière totale d'acide benzoïque présent initialement  $n_{A \text{ initial}}$ .

$$R = \frac{n_{A \text{ extrait}}}{n_{A \text{ initial}}} = \frac{n_{A \text{ initial}} - n_{A \text{ restant}}}{n_{A \text{ initial}}}$$

**Matériel mis à disposition du candidat**

- une calculatrice type « collègue » ou un ordinateur avec fonction « calculatrice »
- une pissette d'eau distillée
- un flacon contenant une solution aqueuse saturée d'acide benzoïque
- un flacon contenant une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium de concentration  $2,5 \times 10^{-3}$  mol.L<sup>-1</sup>
- un flacon contenant une solution alcoolique de bleu de thymol
- une ampoule à décanter avec son bouchon et un support adapté
- quatre béchers de 100 mL
- une éprouvette graduée de 25 mL
- une éprouvette graduée de 50 mL
- une burette graduée
- une pipette jaugée de 10,0 mL
- une poire à pipeter
- trois pipettes simples en plastique
- un agitateur magnétique et un barreau aimanté
- trois erlenmeyers de 100 mL dont un avec un bouchon
- un flacon en verre étiqueté « poubelle pour récupérer l'ensemble des déchets »
- un entonnoir
- un marqueur pour la verrerie
- des lunettes de sécurité
- des gants
- sous la hotte :
  - un flacon contenant du dichlorométhane
  - un flacon contenant de l'éthanol
  - un flacon contenant de l'éthanoate d'éthyle

**TRAVAIL À EFFECTUER****1. Proposition d'un protocole expérimental d'extraction simple** (20 minutes conseillées)

Choisir, en le justifiant, le solvant permettant l'extraction de l'acide benzoïque de la solution saturée. Proposer ensuite un protocole expérimental permettant l'extraction simple de l'acide benzoïque. Indiquer, en la justifiant, la position des phases.

Nous choisirons d'utiliser comme solvant l'éthanoate d'éthyle, car il n'est pas miscible avec l'eau et la solubilité de l'acide benzoïque dans ce solvant est grande. Nous aurions également pu utiliser du dichlorométhane, mais son utilisation requiert l'utilisation d'un masque qui ne nous est pas fourni dans la liste du matériel.

Afin de réaliser l'extraction simple de l'acide benzoïque nous devons introduire dans une **ampoule à décanter** 40mL de la solution aqueuse saturée en acide benzoïque et on ajoute 20mL d'**éthanoate d'éthyle**. Nous obtiendrons par la suite deux phases, l'une aqueuse située dans le bas de l'ampoule que nous récupérerons dans un erlenmeyer, et l'autre organique située dans le haut de l'ampoule à décanter car moins dense que nous récupérerons dans un second erlenmeyer que nous boucherons par la suite.

Voilà après avoir lu mon protocole l'examinatrice a dit "parfait".

APPEL n°1		
	<b>Appeler le professeur pour lui présenter les réponses et le protocole ou en cas de difficulté</b>	

**2. Mise en œuvre du protocole d'extraction simple** (10 minutes conseillées)

Mettre en œuvre le protocole proposé précédemment.

**Mes conseils**

Alors je ne sais pas si j'ai perdu des points, mais l'éthanoate d'éthyle ne se trouve pas sur vos paillasses. Je l'ai donc indiqué à mon examinatrice et elle m'a répondu "alors si vous lisez bien les pictogrammes vous verrez où il se trouve" l'éthanoate d'éthyle est SOUS LA HOTTE.

Autre conseil si vous n'êtes pas les premiers à passer (vers 7h45-8h) vérifiez bien que le robinet de l'ampoule à décanter est fermé. Moi je n'avais pas remarqué qu'il était ouvert et au moment de mettre la solution aqueuse de l'acide benzoïque 1 ou 2 mL ont coulés, heureusement que je m'en suis rapidement rendu compte et l'examinatrice ne l'a pas vu.

Normalement vous aurez un marqueur, servez-vous-en même si vous n'en avez pas besoin pour être un peu "fayot". Je l'ai utilisé pour écrire sur les béchers ce que je mettais dedans type "A. Benz" "hydr sod" "sol aq" et tout ce qui en plus vous évite de vous mélanger les pinceaux car tous les liquides sont transparents.

Le TP est plutôt long, et vous avez peu de temps. Le truc qui va vous faire perdre le plus de temps et la décantation, vous allez vous attendre à voir deux phases bien distinctes. Et donc vous allez attendre bêtement, ce n'est pas le cas. Les phases sont très peu distinctes attendez max 3-4 minutes, la phase du haut a genre comme "des choses" dedans un peu type comme quand on met des huiles essentielles dans de l'eau, c'est assez subtil, ouvrez les yeux.

**3. Titrage de l'acide benzoïque restant dans la phase aqueuse** (20 minutes conseillées)

Mettre en œuvre le titrage de l'acide benzoïque restant dans la phase aqueuse présenté dans le **document 2**.

APPEL n°2		
	Appeler le professeur après avoir repéré l'équivalence ou en cas de difficulté	

Noter le volume équivalent versé :

$V_{E1} = 25\text{mL}$  (un de mes camarades a trouvé 21mL donc bon dites-vous que c'est vers les 20 mL)

**4. Comparaison entre l'extraction double et l'extraction simple** (10 minutes conseillées)

Calculer les rendements des extractions simple et double. Conclure quant à l'intérêt de l'extraction double par rapport à l'extraction simple.

$$R = nA_{\text{extrait}} / nA_{\text{initial}} = (nA_{\text{initial}} - nA_{\text{restant}}) / nA_{\text{initial}}$$

Reextraction simple =  $((2.4\text{E-}4) \times (25\text{E-}3)) / (2.4\text{E-}4) = 0.03$  (environ) En noir est mon VE donc mettez le votre

$$\text{Reextraction double} = (2.4\text{E-}4 - 1.0\text{E-}5) / (2.4\text{E-}4) = 0.96$$
 (environ)

Le rendement est meilleur avec l'extraction double donc, il est mieux de faire une extraction double.

Remettre la pailasse dans l'état où elle était en début d'épreuve avant de quitter la salle.