

IIIb. 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 de la calculatrice est autorisée.

CONTEXTE DU SUJET

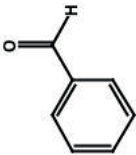
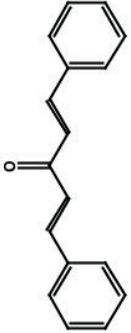
La dibenzalacétone (ou 1,5-diphénylpenta-1,4-diène-3-one), notée dba et parfois appelée cinnamone, trouve de nombreuses applications en synthèse organique, notamment en tant que catalyseur quand elle est couplée au palladium.

Un lycéen cherche à synthétiser cette molécule avec la meilleure pureté et en quantité suffisante. Il se filme pendant qu'il met en œuvre l'expérience, mais le solide obtenu n'est pas utilisable car il n'est pas pur.

Le but de cette épreuve est d'aider le lycéen dans sa démarche, pour lui permettre d'obtenir de la dba d'une plus grande pureté.

DOCUMENTS MIS À DISPOSITION DU CANDIDAT

Document 1 : Synthèse de la dba

équation chimique :		C_3H_6O (ℓ)	+ 2 C_7H_6O (ℓ)	→	$C_{17}H_{14}O$ (s)	+ 2 H_2O (ℓ)
espèces chimiques	éthanol (solvant)	 propanone (= acétone) (réactif)	 benzaldéhyde (réactif)	solution d'hydroxyde de sodium (soude) $c = 1,0 \text{ mol.L}^{-1}$ (ion hydroxyde est un catalyseur)	 dibenzalacétone (dba) (produit recherché)	eau (produit)
volumes à introduire	30 mL	1,0 mL	3,5 mL (réactif en excès)	30 mL ajout en trois fois	–	–
pictogrammes SGH						–
solubilité dans l'eau à température ambiante	très grande	grande	moyenne	–	faible	–
solubilité dans l'éthanol à température ambiante	–	très grande	grande	–	moyenne	–
solubilité dans la propanone (acétone) à température ambiante	très grande	–	grande	–	grande	–
température de fusion	– 117 °C	– 95 °C	– 26 °C	–	113 °C	0 °C
température d'ébullition	79 °C	56 °C	179 °C	–	–	100 °C

Document 2 : Vidéo « contrôle qualité dba.mp4 » du protocole réalisée par le lycéen

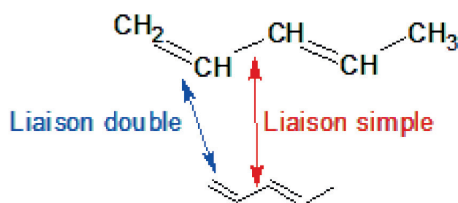
Durée : 1 min 13 s



Remarque : dans la vidéo « contrôle qualité dba.mp4 », la dba est appelée « cinnamone ».

Document 3 : Couleur et conjugaison

Deux doubles liaisons chimiques sont dites conjuguées si elles sont séparées par une liaison simple.



Une molécule organique possédant un système conjugué d'au moins sept doubles liaisons peut rendre un composé coloré.

Matériel mis à disposition du candidat

- un ordinateur muni d'un casque audio
- un dispositif de filtration sur Büchner
- un erlenmeyer de 125 mL contenant le mélange réactionnel
- des flacons contenant de l'éthanol et de la propanone (acétone)
- une cuve à chromatographie contenant l'éluant
- un petit tube fermé contenant le benzaldéhyde dissous dans la propanone (acétone) (on prélèvera directement dans ce tube)
- un petit tube fermé contenant la dba pure dissoute dans la propanone (acétone) (on prélèvera directement dans ce tube)
- deux petits tubes fermés contenant de la propanone (acétone) (on prélèvera directement dans ces tubes)
- des micropipettes ou capillaires ou cure-dents
- une plaque de chromatographie (gel de silice sur support)
- une lampe UV mise à disposition dans la salle
- une pissette d'eau distillée
- une paire de lunettes de protection
- une paire de gants
- de la verrerie et du matériel usuel de chimie

TRAVAIL À EFFECTUER**1. Amélioration du protocole** (20 minutes conseillées)

Visionner la vidéo « contrôle qualité dba.mp4 ».

Le lycéen a conclu sa vidéo par cette phrase : « *il apparaît que le solide formé n'est pas pur : j'aurais dû ajouter une étape lors de la filtration* ».

Proposer, en les justifiant :

- une étape supplémentaire permettant d'améliorer la fin de la synthèse mise en œuvre par le lycéen ;
- un protocole permettant de contrôler l'efficacité de cette nouvelle étape.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

APPEL n° 1		
	Appeler le professeur pour lui présenter l'amélioration envisagée ou en cas de difficulté.	

2. Mise en œuvre du protocole modifié (10 minutes conseillées)

Procéder à la récupération du solide en tenant compte de l'amélioration proposée précédemment et validée par l'examineur, puis recueillir le solide dans une coupelle.

3. Contrôle de la qualité (20 minutes conseillées)

Mettre en œuvre la méthode de contrôle validée au moment de l'**appel n°1**.

En attendant les résultats de l'expérience, répondre à la question **4**.

APPEL n° 2		
	Appeler le professeur pour lui présenter le résultat ou en cas de difficulté.	

Interpréter le résultat obtenu et conclure quant à la qualité du produit.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

4. Interprétation (10 minutes conseillées)

À l'aide des documents fournis, expliquer pourquoi le produit obtenu lors de la synthèse est coloré alors que les réactifs ne le sont pas.

.....

.....

.....

.....

.....

Ranger la paillasse dans l'état où elle était en début d'épreuve, avant de quitter la salle.

1. Amélioration du protocole (20 minutes conseillées)

La compétence **S'APPROPRIER** est mobilisée et évaluée dans cette partie.

Attention, il est impératif de remarquer que la compétence S'APPROPRIER est affectée d'un fort coefficient.

La compétence S'APPROPRIER est évaluée à d'autres moments de l'épreuve (question 5) : l'examineur attendra la fin de celle-ci pour attribuer un niveau à cette compétence.

Avant l'appel n°1, l'examineur devra suivre attentivement, en continu, la progression du candidat pour l'orienter éventuellement, mais se gardera d'intervenir trop tôt, afin de laisser au candidat le temps de mûrir sa réflexion.

Les critères retenus pour l'évaluation de la compétence **S'APPROPRIER** sont les suivants :

- définir des objectifs ;
- rechercher, extraire et organiser l'information en lien avec une situation.

Pour évaluer cette compétence, l'examineur observe en continu le travail expérimental du candidat et vérifie, au cours lors de **l'appel n°1**, que :

- le candidat propose d'ajouter une étape de lavage pour éliminer le benzaldéhyde introduit en excès lors de la réaction chimique ;
- le candidat choisit un solvant adapté pour le lavage et justifie son choix ;
- le candidat propose de prouver l'efficacité du lavage en réalisant une CCM comparant le produit brut lavé, le produit brut non lavé et le benzaldéhyde (et éventuellement la dba pure) ;
- le candidat pense à mettre de côté un peu de produit brut non lavé pour comparaison ;
- le candidat sait justifier l'intérêt du lavage en commentant la CCM qu'il réalisera.

Si nécessaire, l'examineur intervient d'abord de façon ponctuelle et sous forme de questions pour guider le candidat ou l'amener à se rectifier de lui-même. Ensuite, l'examineur peut intervenir pour apporter au candidat une solution partielle. Enfin, si le candidat ne parvient toujours pas à progresser dans sa tâche, l'examineur peut lui apporter une solution totale.

Exemples de solutions partielles pour la compétence S'APPROPRIER

Proposition pour augmenter la pureté du produit obtenu : éliminer le benzaldéhyde avec un solvant adapté.

Solution partielle 1

D'après l'enregistrement vidéo, l'impureté principale à éliminer dans le produit brut est le benzaldéhyde.

Solution partielle 2

Le solvant à privilégier doit permettre de dissoudre l'impureté sans trop dissoudre la dba.

Solution partielle 3

Il est nécessaire de procéder à un lavage du solide formé.

Solution partielle 4

Les propriétés comparées des différentes espèces du mélange réactionnel dans différents solvants vont permettre de choisir un solvant adapté pour le lavage.

Proposition pour prouver l'efficacité du lavage : réaliser une CCM.

Solution partielle 5

Il est possible de vérifier l'efficacité du lavage en réalisant une CCM.

Solution partielle 6

Pour prouver l'efficacité du lavage, il faut comparer le produit brut non lavé et le produit brut lavé.

Exemple de solution totale pour la compétence S'APPROPRIER**Solution totale**

Il faut procéder à une étape de lavage avec de l'éthanol. Celui-ci dissout certes un peu de dba mais la solubilité de l'impureté à éliminer y est grande, ce qui permet d'augmenter la pureté du produit obtenu.

Penser à mettre de côté une partie du produit brut avant de réaliser le lavage.

Préparer une plaque CCM avec trois dépôts :

- produit brut non lavé ;
- produit brut lavé ;
- benzaldéhyde ;
- éventuellement, de la dba pure.

Procéder à l'élution et révéler la plaque sous la lampe UV.

2. Mise en œuvre du protocole modifié (10 minutes conseillées)

La compétence **RÉALISER** est mobilisée et évaluée dans cette partie.

Attention, il est impératif de remarquer que la compétence RÉALISER est affectée d'un fort coefficient.

La compétence RÉALISER est évaluée à d'autres moments de l'épreuve (question 3) : l'examineur attendra la fin de celle-ci pour attribuer un niveau à cette compétence.

Les critères retenus dans cette partie pour l'évaluation de la compétence **RÉALISER** sont les suivants :

- utiliser le matériel de manière adaptée ;
- respecter les règles de sécurité.

Pour évaluer cette compétence, l'examineur observe en continu le travail expérimental du candidat et vérifie que :

- le candidat met de côté un peu de produit brut avant de réaliser le lavage ;
- le candidat respecte les règles de sécurité (gants et lunettes) ;
- le candidat met correctement en œuvre un essorage sous vide à l'aide d'un dispositif de filtration sur Büchner ;
- le candidat réalise convenablement le lavage.

Si nécessaire, l'examineur intervient d'abord de façon ponctuelle et sous forme de questions pour guider le candidat ou l'amener à se rectifier de lui-même. Ensuite, l'examineur peut intervenir pour apporter au candidat une solution partielle. Enfin, si le candidat ne parvient toujours pas à progresser dans sa tâche, l'examineur peut lui apporter une solution totale.

Exemples de solutions partielles pour la compétence RÉALISER**Solution partielle 1**

Penser à mettre de côté un peu de produit brut non lavé avant de commencer.

Solution partielle 2

Réaliser l'essorage puis le lavage à l'éthanol.

Exemple de solution totale pour la compétence RÉALISER**Solution totale**

L'examineur fournit au candidat un échantillon du produit correctement lavé.

3. Contrôle de la qualité (20 minutes conseillées)

Les compétences **RÉALISER** et **VALIDER** sont mobilisées et évaluées dans cette partie.

Attention, il est impératif de remarquer que la compétence RÉALISER est affectée d'un fort coefficient.

La compétence RÉALISER a déjà été partiellement évaluée à la question 2. À la fin de cette partie, l'examineur attribue un niveau à cette compétence en tenant compte des critères d'évaluation des deux parties.

Les critères retenus dans cette partie pour l'évaluation de la compétence **RÉALISER** sont les suivants :

- suivre un protocole ;
- utiliser le matériel de manière adaptée.

Pour évaluer cette compétence, l'examineur observe en continu le travail expérimental du candidat et vérifie, au cours de **l'appel n°2**, que :

- le candidat prépare les deux échantillons en plaçant une petite quantité de produit brut lavé ou de produit brut non lavé dans chacun des deux tubes contenant la propanone (= acétone) ;
- le candidat met correctement en œuvre la CCM (dépôt, élution et révélation).

L'examineur observe le candidat lors de la préparation des deux échantillons. Il doit être vigilant à la quantité de solide utilisée. **Si le candidat dissout une quantité trop importante, l'examineur le lui signale sans le sanctionner.**

Si nécessaire, l'examineur intervient d'abord de façon ponctuelle et sous forme de questions pour guider le candidat ou l'amener à se rectifier de lui-même. Ensuite, l'examineur peut intervenir pour apporter au candidat une solution partielle. Enfin, si le candidat ne parvient toujours pas à progresser dans sa tâche, l'examineur peut lui apporter une solution totale.

Exemples de solutions partielles pour la compétence RÉALISER**Solution partielle 1**

Il faut préparer deux petits tubes contenant le produit brut lavé ou le produit non lavé dissous dans la propanone (acétone).

Solution partielle 2

L'examineur indique au candidat comment préparer la plaque CCM pour trois dépôts.

Solution partielle 3

L'examineur indique au candidat comment procéder à l'élution et à la révélation de la CCM sous la lampe UV.

Solution partielle 4

L'examineur fournit au candidat une plaque CCM éluee non révélée.

Exemple de solution totale pour la compétence RÉALISER**Solution totale**

L'examineur fournit au candidat une plaque CCM éluee et révélée.

Le critère retenu pour l'évaluation de la compétence **VALIDER** est le suivant :

- exploiter et interpréter des observations.

Pour évaluer cette compétence, l'examineur observe en continu le travail du candidat et vérifie que :

- le candidat interprète correctement le chromatogramme obtenu et conclut quant à l'efficacité de l'étape d'essorage/lavage.

Exemple de solution totale pour la compétence VALIDER à destination de l'examineur

La solution totale correspondant à cette compétence est donnée à l'évaluateur à titre d'information et ne doit pas être fournie au candidat.

Solution totale

Le produit obtenu après lavage ne contient plus de traces notables de benzaldéhyde. Le lavage a donc été efficace.

4. Interprétation (10 minutes conseillées)

La compétence **S'APPROPRIER** est mobilisée et évaluée dans cette partie.

Attention, il est impératif de remarquer que la compétence S'APPROPRIER est affectée d'un fort coefficient.

La compétence S'APPROPRIER a déjà été partiellement évaluée à la question 1. À la fin de cette partie, l'examineur attribue un niveau à cette compétence en tenant compte des critères d'évaluation des deux parties.

Le critère retenu pour l'évaluation de la compétence **S'APPROPRIER** est le suivant :

- rechercher, extraire et organiser l'information en lien avec une situation.

Pour évaluer cette compétence, l'examineur observe en continu le travail du candidat et vérifie que :

- le candidat compare les structures moléculaires du benzaldéhyde et de la dba ;
- le candidat exploite le document 3.

La solution totale ci-dessous est donnée à l'évaluateur à titre d'information et ne doit pas être fournie au candidat.

Solution totale

La molécule de dba comporte un grand nombre de liaisons conjuguées (plus de sept doubles liaisons). Cela peut laisser penser qu'elle va être colorée, contrairement au benzaldéhyde.