

**BACCALAURÉAT SÉRIE S****Épreuve de PHYSIQUE CHIMIE  
Évaluation des Compétences Expérimentales****Sommaire**

I. DESCRIPTIF DU SUJET DESTINÉ AUX ÉVALUATEURS .....	2
II. LISTE DE MATÉRIEL DESTINÉE AUX ÉVALUATEURS ET AU PERSONNEL DE LABORATOIRE .....	3
III. ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT .....	5
1. Amélioration du protocole (20 minutes conseillées) .....	8
2. Lavage et récupération du solide (10 minutes conseillées) .....	9
3. Contrôle de pureté (30 minutes conseillées) .....	9

## 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"> <li>mettre en œuvre un protocole expérimental d'essorage et de lavage d'un solide à l'aide d'un solvant adapté ;</li> <li>mettre en œuvre une chromatographie sur couche mince ;</li> <li>interpréter les résultats obtenus.</li> </ul>
Compétences évaluées Coefficients respectifs	<ul style="list-style-type: none"> <li>S'Approprier (<b>APP</b>) : coefficient <b>3</b></li> <li>Réaliser (<b>REA</b>) : coefficient <b>2</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>Le fichier vidéo « contrôle qualité dba.mp4 » à visionner par le candidat doit être ouvert sur un ordinateur disposant d'un casque audio.</li> <li>Le dispositif de filtration sur Büchner doit déjà être installé.</li> <li>La cuve à CCM doit être déjà saturée en éluant à l'arrivée du candidat.</li> <li>Le flacon d'éthanol doit être rempli au même niveau que celui d'acétone</li> </ul> <p><u>Prévoir aussi</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>un échantillon du solide brut essoré mais non lavé avec le solvant ;</li> <li>un échantillon du produit lavé et séché pour les candidats qui n'auraient pas réussi le lavage ;</li> <li>une plaque de chromatographie éluee mais non révélée pour les candidats qui n'auraient pas réussi celle-ci.</li> </ul>
Déroulement de l'épreuve Gestion des différents appels	<p><b>Ce sujet repose fortement sur l'interaction entre le candidat et l'examineur qui interviendra fréquemment pour suivre l'avancement des tâches à réaliser et orienter éventuellement le candidat, sans pour autant le pénaliser.</b></p> <p><u>Minutage conseillé</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Lecture des documents et visionnage de la vidéo puis proposition d'une amélioration de l'étape d'essorage et de lavage (<b>20 minutes</b>).</li> <li>Mise en œuvre de l'essorage et du lavage (<b>10 minutes</b>).</li> <li>Mise en œuvre de la chromatographie sur couche mince (durant l'élution le candidat répond à une question), mesure de la température de fusion puis interprétation du chromatogramme et conclusion sur le rôle de l'étape de lavage (<b>30 minutes</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>Lors de l'<b>appel 1</b>, l'évaluateur vérifie l'amélioration envisageable et la technique permettant de contrôler l'efficacité de cette nouvelle étape.</li> <li>Lors de l'<b>appel 2</b>, l'évaluateur vérifie l'aspect de la plaque de chromatographie après révélation.</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> <ul style="list-style-type: none"> <li>Si la dba commerciale n'est pas disponible, il est possible de la synthétiser puis de la laver avec de l'éthanol et enfin de la recristalliser dans l'éthanol selon le protocole décrit dans la fiche II.</li> <li>Le benzaldéhyde s'oxydant facilement, il ne sera pas surprenant d'obtenir un composé présentant des traces d'acide benzoïque identifiables sur plaque de chromatographie. L'examineur pourra préciser au candidat, sans le pénaliser, que la présence de cette tache supplémentaire n'est pas surprenante.</li> <li>Le banc Köfler est déjà chaud et étalonné avant l'arrivée des candidats. De plus il est nettoyé par l'examineur après chaque mesure.</li> </ul>

**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.

L'achat de dibenzalacétone (dba) n'est pas nécessaire. Elle peut être synthétisée à l'aide du protocole décrit ci-après.

**Paillasse candidat**






- un ordinateur muni d'un casque audio
- un dispositif de filtration sur Büchner déjà monté
- deux spatules de taille différente
- une coupelle
- une cuve à chromatographie contenant l'éluant (cyclohexane / acétate d'éthyle : 5 / 1 en volumes)
- un petit tube fermé et étiqueté contenant 5 mL de propanone (acétone) dans laquelle on a dissous une goutte de benzaldéhyde (le candidat prélèvera directement dans le tube pour réaliser le dépôt)
- un petit tube fermé et étiqueté contenant environ 0,1 g de dba pure dissoute dans 5 mL de propanone (acétone) (le candidat prélèvera directement dans le tube pour réaliser le dépôt)
- deux petits tubes fermés et étiquetés contenant chacun 5 mL de propanone (acétone) (qui permettront au candidat de préparer ses échantillons des produits bruts lavé et non lavé pour la CCM)
- des micropipettes ou capillaires ou cure-dents
- une plaque de chromatographie (gel de silice avec indicateur fluorescent, sur support)
- une règle
- un crayon à papier
- un crayon à verrerie
- une pipette Pasteur
- une lampe UV (de longueur d'onde adaptée à l'indicateur fluorescent de la plaque de CCM)
- un flacon contenant de l'éthanol
- un flacon contenant de la propanone (acétone)
- deux béchers de 50 mL
- un erlenmeyer de 125 mL bouché contenant le mélange réactionnel (sans barreau aimanté) dont la préparation est décrite ci-après
- des filtres prédécoupés aux dimensions du filtre Büchner
- une paire de lunettes de protection
- une paire de gants
- une pissette d'eau distillée
- un banc Köfler étalonné avec le matériel nécessaire à la mesure d'une température de fusion
- carré de papier filtre servant à l'essorage

**Protocole de préparation du mélange réactionnel (pour un poste)**

- sous hotte, introduire dans un erlenmeyer de 125 mL :
  - 30 mL d'éthanol (solvant)
  - 3,5 mL de benzaldéhyde (réactif en excès)
  - 1,0 mL de propanone (acétone)
- placer un barreau aimanté dans le mélange et agiter ;
- ajouter, en trois fois et en agitant, 30 mL d'une solution de soude de concentration molaire  $1,0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
- la synthèse est achevée au bout d'environ trois minutes et un solide jaune s'est formé
- retirer le barreau aimanté et boucher l'erlenmeyer

**Paillasse professeur**

- éluant : cyclohexane / acétate d'éthyle dans le rapport 5 / 1 en volumes
- benzaldéhyde
- dba commerciale ou dba pure obtenue à l'aide du protocole précédent suivi d'un lavage à l'éthanol froid et d'une recristallisation dans 20 mL d'éthanol
- dba brute essorée mais non lavée à l'éthanol
- éthanol dénaturé ou éthanol de lavage
- eau distillée
- propanone (acétone)
- des petits tubes fermés contenant 5 mL de propanone (acétone)

	propanone (= acétone)	éthanol	benzaldéhyde	dba	soude à 1,0 mol.L <sup>-1</sup>
pictogrammes					

**Documents mis à disposition des candidats**

- fichier vidéo « contrôle qualité dba.mp4 » consultable sur un ordinateur muni d'un casque audio ;
- une notice d'utilisation du banc Köfler.

**Informations complémentaires liées au matériel utilisé**

- Le benzaldéhyde s'oxydant facilement, on peut obtenir un composé présentant des traces d'acide benzoïque, identifiables sur la plaque de chromatographie. L'examineur pourra faire remarquer au candidat, sans le pénaliser, que la présence d'une tache supplémentaire n'est pas surprenante.

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


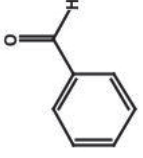
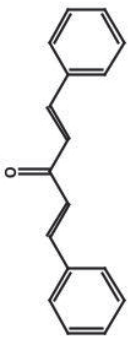







**CONTEXTE DU SUJET**

La dibenzalacétone (ou 1,5-diphénylpenta-1,4-diène-3-one), notée dba et parfois appelée cinnamone, est un solide jaune parfois utilisé dans la composition de crème solaire.

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'améliorer la synthèse de la dba.***

DOCUMENTS MIS À DISPOSITION DU CANDIDATDocument 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	-	très faible	-
solubilité dans l'éthanol à température ambiante	-	très grande	grande	-	très faible	-
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 : Solubilité d'une espèce chimique**

La solubilité d'un composé dépend, entre autres, du solvant utilisé et de sa température. Le plus souvent, la solubilité augmente avec la température.

**Matériel mis à disposition du candidat**

- un ordinateur muni d'un casque audio
- un dispositif de filtration sur Büchner avec filtres
- un erlenmeyer de 125 mL contenant le mélange réactionnel à l'issue de la synthèse de la dba
- un flacon contenant de l'éthanol
- un flacon contenant de la propanone (acétone)
- une cuve à chromatographie contenant l'éluant
- une plaque de chromatographie (gel de silice sur support)
- 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)
- deux spatules de taille différente
- des micropipettes ou capillaires ou cure-dents
- une pipette simple
- deux béchers de 50 mL
- une coupelle
- une lampe UV mise à disposition dans la salle
- une pissette d'eau distillée
- une paire de lunettes de protection
- une paire de gants
- un crayon à verrerie
- un banc Köfler étalonné avec le matériel nécessaire à la mesure d'une température de fusion
- carré de papier filtre servant à l'essorage

## TRAVAIL À EFFECTUER

## 1. Amélioration du protocole (20 minutes conseillées)

1.1 Visionner la vidéo « contrôle qualité dba.mp4 ».

À la fin de la vidéo, le lycéen ajoute cette phrase : « *le solide formé n'est pas pur* ». Justifier son propos à l'aide du chromatogramme présenté à la fin de la vidéo.

.....

.....

.....

.....

Le lycéen conclut ensuite par : « *j'aurais dû ajouter une étape lors de la filtration* ».

Cette étape est une étape de lavage.

Proposer un solvant, parmi ceux cités dans les documents, permettant de laver le solide afin d'améliorer la pureté du produit. Justifier ce choix.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Une des méthodes utilisées pour vérifier l'efficacité du lavage est la CCM (chromatographie sur couche mince). Indiquer le protocole à réaliser.

.....

.....



.....

.....

.....

.....

.....

APPEL n°1		
	Appeler le professeur pour lui indiquer le solvant choisi et lui présenter le protocole envisagé ou en cas de difficulté.	





**2. Lavage et récupération du solide** (10 minutes conseillées)

Procéder à la récupération du solide en tenant compte de l'amélioration proposée précédemment et validée par le professeur. Recueillir ensuite le solide dans une coupelle.

**3. Contrôle de pureté** (30 minutes conseillées)

Mettre en œuvre la CCM de contrôle après lavage.

En attendant les résultats, mesurer la température de fusion du produit obtenu après lavage.

APPEL n°2		
	<b>Appeler le professeur pour lui présenter les résultats ou en cas de difficulté.</b>	

Commenter les résultats obtenus et conclure quant à la qualité du produit obtenu après lavage. Justifier la réponse.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Proposer une méthode de purification du produit obtenu, sans la mettre en œuvre.

.....

.....

.....

.....

.....

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