

DES MAUX DE TÊTE

EPREUVE BILAN EXPERIMENTALE DE FIN DE PREMIÈRE

Épreuve pratique bilan de l'enseignement de STL spécialité SPCL Évaluation des Compétences Expérimentales

ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT

NOM :	Prénom :
Centre d'examen :	n° d'inscription :

Cette situation d'évaluation comporte **5** 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 collège » est autorisé.

CONTEXTE DE LA SITUATION D'ÉVALUATION (durée : 2h00)

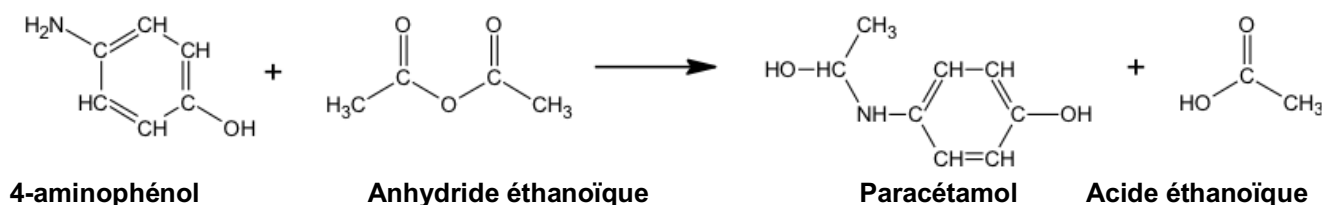
Le Doliprane est un médicament préconisé pour traiter la douleur et/ou la fièvre, par exemple en cas de maux de tête. Le principe actif du Doliprane est le paracétamol. Dans cette épreuve, on va s'intéresser à la synthèse de ce principe actif.

Le but de cette épreuve est de synthétiser le paracétamol, puis de l'analyser et enfin de le purifier.

INFORMATIONS MISES A DISPOSITION DU CANDIDAT

Titre du premier document : synthèse du paracétamol

Le paracétamol est synthétisé au laboratoire à partir d'anhydride éthanoïque et de 4-aminophénol. L'équation de réaction associée à la transformation chimique s'écrit :



DES MAUX DE TÊTE

Titre du deuxième document : données physico-chimiques

Données physico-chimiques						
Composé	Aspect à 25°C et sous 105 Pa (1 bar)	Sécurité	Solubilité dans l'eau	Température de fusion	Température d'ébullition	Masse molaire en g.mol ⁻¹
4-aminophénol	solide blanc	nocif par contact, inhalation et ingestion	8 g.L ⁻¹ à 20°C 33 g.L ⁻¹ à 60°C 85 g.L ⁻¹ à 100°C	186 °C		109
anhydride éthanoïque	liquide incolore densité: 1,08	corrosif, inflammable, irritant	réagit avec l'eau en donnant l'acide dont il est issu	-73°C	136 °C	102
paracétamol	solide blanc		10 g.L ⁻¹ à 20°C 250 g.L ⁻¹ à 100°C	168 °C		151
acide éthanoïque	liquide incolore	corrosif, inflammable, irritant	très grande solubilité de 0° C à 100°C	17 °C	118 °C	60

Titre du troisième document : protocole expérimental de synthèse

Étape A : mise en œuvre expérimentale et réaction chimique

- Introduire 5,5 g de 4-aminophénol, 50 mL d'eau et 3,5 mL d'acide éthanoïque dans un ballon tricol de 250 mL.
- Après avoir adapté sur le ballon tricol un réfrigérant à boules, placer le mélange sous agitation dans un bain-marie à 80°C, jusqu'à dissolution complète du 4-aminophénol.
- Sous la hotte et tout en agitant, verser à l'aide de l'ampoule de coulée environ 7 mL d'anhydride éthanoïque dans le ballon tricol. Le mélange s'échauffe un peu.
- Une fois l'addition terminée, porter le mélange eau bain-marie à 80°C pendant 10 minutes.

Étape B : extraction et récupération de l'espèce chimique synthétisée

- Refroidir le mélange réactionnel dans un bain **d'eau glacée** et attendre la cristallisation complète (on amorcera éventuellement celle-ci en grattant les parois du ballon avec un agitateur en verre).
- Filtrer sur filtre Büchner (sous pression réduite).
- Rincer le solide avec un minimum d'eau glacée, puis le récupérer dans une coupelle.
- Peser le produit brut et noter sa masse.

Étape C : analyse de l'espèce chimique synthétisée.

- Protocole expérimental établi par l'élève

Étape D : purification de l'espèce chimique synthétisée.

- Protocole expérimental établi par l'élève

DES MAUX DE TÊTE

TRAVAIL À EFFECTUER

1. Synthèse du paracétamol (COEFF1, durée : 1h10 conseillées)

Proposer un montage expérimental permettant de réaliser la synthèse du paracétamol en respectant les conditions de sécurité.

.....

.....

.....

.....



.....

.....



.....

.....

.....

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

Mettre en œuvre le protocole expérimental de la synthèse.

APPEL n°2		
	Appeler le professeur pour lui présenter le montage expérimental d'extraction du paracétamol ou en cas de difficulté.	

Réaliser l'extraction de l'espèce chimique synthétisée.

Noter la masse de produit brut m_{brut} =

Déterminer le rendement de votre synthèse avant purification et séchage.

.....

.....

.....

.....

.....

DES MAUX DE TÊTE

2. Identification de l'espèce synthétisée (COEFF2, durée : 30 minutes conseillées)

Proposer un protocole expérimental d'analyse chimique permettant de vérifier la pureté du paracétamol.

.....

.....

.....

.....

.....



.....

.....

.....

.....

.....

APPEL n°3		
	Appeler le professeur pour lui présenter le protocole expérimental d'analyse chimique du paracétamol synthétisé ou en cas de difficulté	

Mettre en œuvre le protocole expérimental d'analyse chimique choisi et conclure quant à la pureté du produit.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

DES MAUX DE TÊTE

3. Purification de l'espèce synthétisée (COEFF2, durée : 20 minutes conseillées)

Proposer un protocole expérimental permettant de purifier l'espèce chimique synthétisée.

.....

.....



.....

.....

.....

.....

Le protocole de purification a été réalisé par notre technicien de laboratoire, vous disposez du produit purifié. Déterminer la pureté du produit en mesurant la température de fusion.

APPEL n°4		
	Appeler le professeur pour lui présenter la réalisation du protocole expérimental de contrôle de pureté ou en cas de difficulté.	

$T_{\text{fusion}} =$

Conclure :

.....

.....

.....

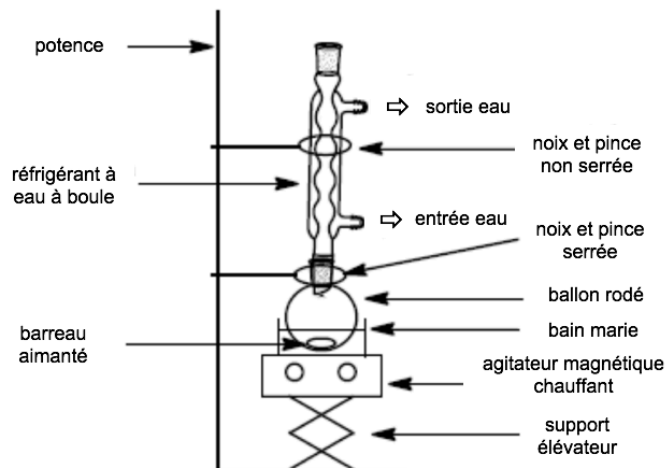
Défaire le montage et ranger la paillasse avant de quitter la salle.

DES MAUX DE TÊTE

ELEMENTS DE CORRECTION

1. Synthèse du paracétamol (COEFF1, durée : 1h10 conseillées)

Proposer un montage expérimental permettant de réaliser la synthèse du paracétamol en respectant les conditions de sécurité.



Équipement de Protection Individuelle obligatoire : blouse, lunettes, gants. (*manipuler sous hotte et éloigné de toute source de chaleur*)

APPEL n°1



Présentation du schéma du montage expérimental et des différents éléments le constituant.



Mettre en œuvre le protocole expérimental de la synthèse.

APPEL n°2



Présentation du montage expérimental avant mise en œuvre de la synthèse



Remarque : les appels 1 et 2 peuvent être évalués dans le même temps ou en ordre inversé (appel montage avant appel schéma).

Réaliser l'extraction de l'espèce chimique synthétisée : mettre en œuvre une filtration sur Büchner.

Noter la masse de produit brut $m_{\text{brut}} = \dots\dots\dots$

Déterminer le rendement de votre synthèse avant purification et séchage.

Détermination du réactif limitant :

- Quantité de matière initiale en réactif 1 : 4-aminophénol

$$n_{\text{amino}} = \frac{m}{M} = \frac{5,5}{109} = 5,0 \times 10^{-2} \text{ mol}$$

- Quantité de matière initiale en réactif 2 : anhydride éthanoïque

$$n_{\text{anhydride}} = \frac{\rho \times V}{M} = \frac{1,08 \times 7}{102} = 7,4 \times 10^{-2} \text{ mol}$$

$n_{\text{amino}} < n_{\text{anhydride}}$: le réactif limitant est donc le 4-aminophénol.

DES MAUX DE TÊTE

Calcul du rendement :

$$r = \frac{m_{\text{brut}}}{m_{\text{maximale}}} = \frac{m_{\text{brut}}}{(5,0 \times 10^{-2}) \times 151} = \frac{m_{\text{brut}}}{7,6}$$

2. Identification de l'espèce synthétisée (COEFF2, durée : 30 minutes conseillées)

Proposer un protocole expérimental d'analyse chimique permettant de vérifier la pureté du paracétamol.



Mettre en œuvre une chromatographie sur couche mince.

Protocole expérimental :

- Mettre l'éluant dans la cuve à CCM.
- Laisser saturer la cuve en fermant le couvercle.
- Sur la plaque à CCM, déposer les 2 échantillons A (paracétamol brut) et B (paracétamol commercial).
- Mettre la plaque à CCM dans la cuve.
- Faire éluer.
- Retirer la plaque et la faire sécher.
- Révéler ensuite la plaque

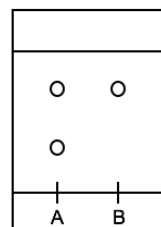
Le protocole de préparation des dépôts pour la chromatographie est donné par le professeur :

- Verser 1 mL de l'éluant dans chacun des deux tubes à hémolyse notés A et B à disposition.
- Dissoudre :
 - ✗ dans A, une pointe de spatule de paracétamol brut ;
 - ✗ dans B, une pointe de spatule de paracétamol commercial ;

APPEL n°3		
	L'élève propose la mise en œuvre d'une CCM. Il détail le protocole en précisant les deux dépôts utilisés : brut et commercial.	

Mettre en œuvre le protocole expérimental d'analyse chimique choisi et conclure quant à la pureté du produit.

Commenter le chromatogramme obtenu : les dépôts A et B doivent avoir la même tâche à la même hauteur si le produit synthétisé est pur. Or, on constate ici que le dépôt A est constitué de deux tâches, le produit synthétisé n'est donc pas pur.



3. Purification de l'espèce synthétisée (COEFF2, durée : 20 minutes conseillées)

Proposer un protocole expérimental permettant de purifier l'espèce chimique synthétisée.



Pour purifier un solide, on peut mettre en œuvre une recristallisation : la recristallisation permet de purifier le solide. Son principe repose sur la différence de solubilité, à chaud et à froid, du solide et de ses impuretés dans un ou plusieurs solvants. La solubilité d'un solide augmente généralement avec la température. Ainsi, lorsqu'il est solubilisé dans un solvant chaud, sa recristallisation peut être provoquée par le refroidissement de la solution.

Protocole expérimental :

- Dans un bécher contenant le solide à purifier, introduire un minimum d'eau distillée préalablement chauffée (au maximum 20 mL) et continuer à chauffer le mélange placé sur un agitateur magnétique chauffant jusqu'à dissolution complète du solide.
- Si la dissolution du solide n'est pas totale, ajouter encore 5 mL d'eau très chaude.
- Laisser refroidir à l'air jusqu'à l'amorce de la précipitation, puis la terminer dans un mélange eau-glace.
- Filtrer sur Büchner les cristaux obtenus et les récupérer dans une coupelle préalablement pesée.
- Essorer les cristaux entre deux feuilles de papier-filtre.
- Sécher les cristaux dans une étuve à 80 °C. Peser les cristaux secs

DES MAUX DE TÊTE

Le protocole de purification a été réalisé par notre technicien de laboratoire, vous disposez du produit purifié. Déterminer la pureté du produit en mesurant la température de fusion.

APPEL n°4		
	L'élève utilise le banc Köfler pour mesurer la température de fusion du paracétamol qui a été purifié par le technicien de laboratoire.	

$T_{\text{fusion}} =$

Conclure :

L'élève constate que la température de fusion mesurée à l'aide du banc Köfler correspond à la valeur de la température de fusion du paracétamol : $T_{\text{fusion}} = 168\text{ }^{\circ}\text{C}$.