

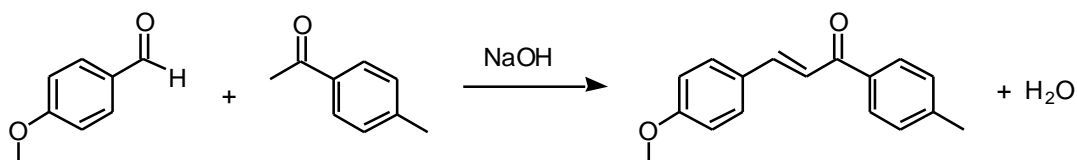
**Partie A - Synthèse d'un anti-inflammatoire**

Lors d'un traumatisme sportif, des mesures immédiates peuvent être prises : glace, repos, compression à l'aide d'un bandage élastique, etc. Il peut parfois aussi être prescrits ponctuellement des anti-inflammatoires (sous forme de pommade par exemple).

Le produit synthétisé lors de cette première manipulation fait partie de la famille des chalcones, des composés ayant des activités pharmacologiques variées (anti-inflammatoire, antibiotique, etc.)

**Document 1 :** Présentation de la synthèse

- Équation de réaction de la synthèse :



- L'un des principes de la chimie verte est l'utilisation de solvants et d'auxiliaires les moins toxiques et polluants possibles, ou leur élimination complète quand cela est possible. Dans le cadre de cette synthèse, il a été mis en évidence que l'absence de solvant conduit à des réactions plus rapides et plus sélectives.

**Document 2 :** Données sur les réactifs utilisés

Composés	M.M.	T <sub>f</sub> (°C)	T <sub>eb</sub> (°C)	d	Sécurité
<i>p</i> -Anisaldéhyde = 4-méthoxybenzaldéhyde	136,15	-1	248	1,119	H302 P301 + P330 + P331
4'-Méthylacétophénone	134,2	22-24	226	1,005	H302
Chalcone : produit	252,3	94-96	-	-	H302- H315- H335 P260- P280- P301+330
Éthanol 95%	46,07	-	-	0,789	H225 P210
Éther diéthylique	74,12	-116	34.6	0,713	H319 P305 + P351 + P338
Hydroxyde de sodium	40,00	318	-	-	H314 P280-P305 + P351 + P338- P310

**1 - Synthèse de la chalcone****Document 3 :** Protocole de synthèse de la chalcone

- Dans un mortier, placer 10 mmol de 4-méthoxybenzaldéhyde, 10 mmol de 4'-méthylacétophénone et 10 mmol de NaOH solide.
- Broyer le mélange pendant environ 5-10 minutes jusqu'à ce que le mélange se solidifie et se morcelle en petits fragments.
- Ajouter 20 mL d'eau distillée et mélanger le tout intimement en délogant le solide se trouvant sur les parois du mortier à l'aide du pilon ou d'une spatule.

**APPEL N°1** – Proposer un protocole permettant de prélever les réactifs : masses (ou volumes) à prélever, matériel à utiliser et consignes de sécurité à respecter.

Après accord de l'évaluateur : réaliser cette synthèse.

## **2 – Isolement du produit brut**

Réaliser le protocole du document 4.

**Document 4** : Protocole d'isolement du produit brut.

- Transvaser le solide dans l'entonnoir Buchner en s'aidant de l'eau précédemment introduite.
- Rincer le mortier et le pilon à l'aide de 10 mL d'eau qui sont aussi filtrés.
- Laver le solide à l'aide de 10 mL d'eau puis laisser sécher sous pression réduite pendant 10 minutes.

## **3 – Purification du produit brut**

Le solide brut obtenu doit être purifié.

**APPEL N°2** – Décrire précisément le protocole de purification :

- ◇ Montage à utiliser et étapes à suivre.
- ◇ Choix et quantité de solvant à introduire.

Après accord de l'évaluateur : réaliser cette purification.

## **4 – Analyse du produit purifié**

**APPEL N°3** – Proposer 2 méthodes de caractérisation possible pour le produit solide synthétisé. Détailler les protocoles associés. Quel critère permettra de confirmer (ou d'infirmer) la présence d'impuretés.

Après accord de l'évaluateur : réaliser ces 2 analyses.

### **Synthèse de la chalcone**

1. Donner le mécanisme de cette réaction, et le nom de la réaction associée.
2. Pourquoi faut-il broyer les réactifs ?
3. Quel est le rôle de l'eau dans cette étape ?

### **Isolement du produit brut**

4. Quel est le rôle de l'eau dans cette étape ?
5. Pourquoi doit-on arrêter l'aspiration avant d'introduire l'eau ?
6. Pour quelle raison doit-on utiliser une quantité modérée d'eau ?

### **Purification du produit brut**

7. Énoncer le principe de la technique de la purification.
8. Justifier la faible quantité d'éthanol introduite.
9. Comment s'assurer qu'un produit séché à l'étuve est sec ?
10. Calculer le rendement de la synthèse.

### **Analyse du produit obtenu**

11. Interpréter vos analyses.

**Partie B – dosage et détermination de la concentration en ions hypochlorite dans l'eau de javel**

On introduit dans cet ordre, dans un erlenmeyer :

- $V_0 = 5$  mL d'eau de javel commerciale (berlingot c.a. 4.8%) diluée  $f=15$  fois
- $V_1 = 8$  mL de la solution de iodure de potassium à environ  $0,10 \text{ mol.L}^{-1}$
- $V_2 = 30$  gouttes de solution d'acide chlorhydrique concentré.

Attention, il faut introduire l'acide en dernier.

Maintenir l'agitation.

S'il y a un précipité rajouter de la solution d'iodure de potassium.

On dose ensuite le diiode formé à l'aide d'une solution de thiosulfate de sodium  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  de concentration  $c_2 = 5,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$ . Rajouter l'indicateur de fin de réaction au moment opportun.

A-0- Justifier le choix de la verrerie utilisée pour prélever chaque volume.

A-1- Noter vos observations lors de la préparation de la solution à doser.

A-2- Ecrire la réaction de formation de  $\text{I}_2$ , en déduire la réaction de dosage.

A-3- Déterminer  $V_{\text{eq}}$ .

A-4- En déduire la concentration en ions hypochlorite de l'eau de javel et l'incertitude associée (on prendra  $\frac{\Delta c_2}{c_2} = 0,5\%$ ). Vérifier le pourcentage en chlore actif (masse de dichlore nécessaire pour préparer 100 g de solution de Javel, selon la réaction  $\text{Cl}_2 + 2 \text{NaOH} \rightarrow \text{NaCl} + \text{NaClO} + \text{H}_2\text{O}$ ).

$M(\text{Cl}_2) = 70,9 \text{ g.mol}^{-1}$  ; densité eau de Javel  $\approx 1$ .

A-5- Pourquoi faut-il ajouter l'acide à la fin ?

**Données :**

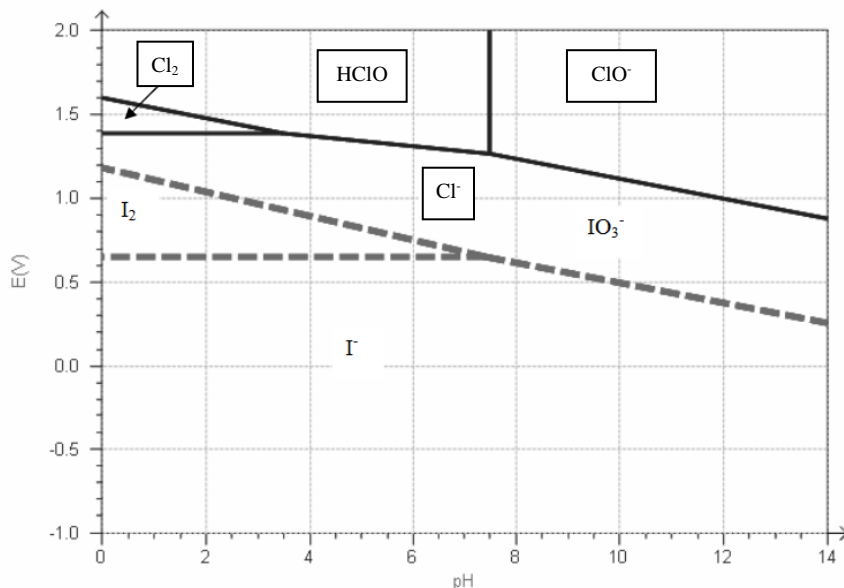


Fig 4 : Diagramme E-pH de l'iode superposé à celui du chlore pour une concentration de travail  $CT = 0,1 \text{ mol.L}^{-1}$  - en trait plein : diagramme E-pH du chlore - en trait pointillé : diagramme E-pH de l'iode