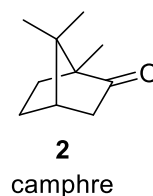
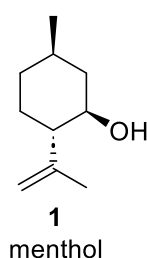


Un **cahier de laboratoire** sera rédigé en autonomie tout au long de l'épreuve. Le candidat y consignera les manipulations effectuées (à l'aide de schémas annotés par exemple), les observations faites ainsi que les calculs nécessaires à l'exploitation des résultats. Il permettra au candidat de conclure sur les manipulations effectuées. Les réponses aux questions posées dans l'énoncé (notées **Q.**) se feront dans le cahier de laboratoire.

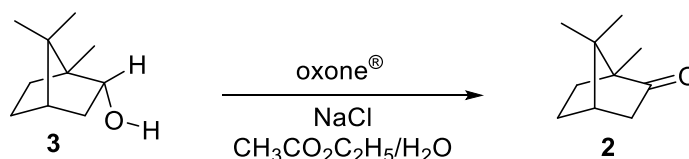
Synthèse d'un constituant du baume du Tigre : synthèse du camphre à partir du bornéol

1. Introduction

Le baume du tigre est un produit issu de la médecine traditionnelle chinoise et très populaire auprès des sportifs en raison de son utilisation pour soulager les douleurs musculaires. Il est constitué d'huiles essentielles de clou de girofle (*syzygium aromaticum*, 1 à 2 %), de cajepout (*melaleuca cajuputi*, 7 %) et de cannellier (*cinnamomum verum*, 10 %), d'extraits d'eucalyptus et de menthe poivrée mais aussi de terpènes d'origine naturelle, le menthol **1** (10 %) et surtout le camphre **2** (25 %), qui possède des propriétés analgésiques et anesthésiques.



Cette séance porte sur la synthèse du camphre **2** à partir du bornéol **3**, autre terpène naturel, et sera réalisée par une réaction d'oxydation douce de la fonction alcool en cétone, comme présenté sur le schéma ci-dessous :



Données :

	Formule brute	Solubilité dans l'eau	Solubilité dans l'éthanoate d'éthyle	Température de changement d'état (en °C)		Pictogrammes de sécurité
				θ_{fusion}	$\theta_{\text{vaporisation}}$	
Ethanoate d'éthyle	C ₄ H ₈ O ₂	Faible	_____	_____	77,1	 
Bornéol	C ₁₀ H ₁₈ O	Faible	Elevée	208	_____	
Camphre	C ₁₀ H ₁₆ O	Faible	Elevée	175	_____	  

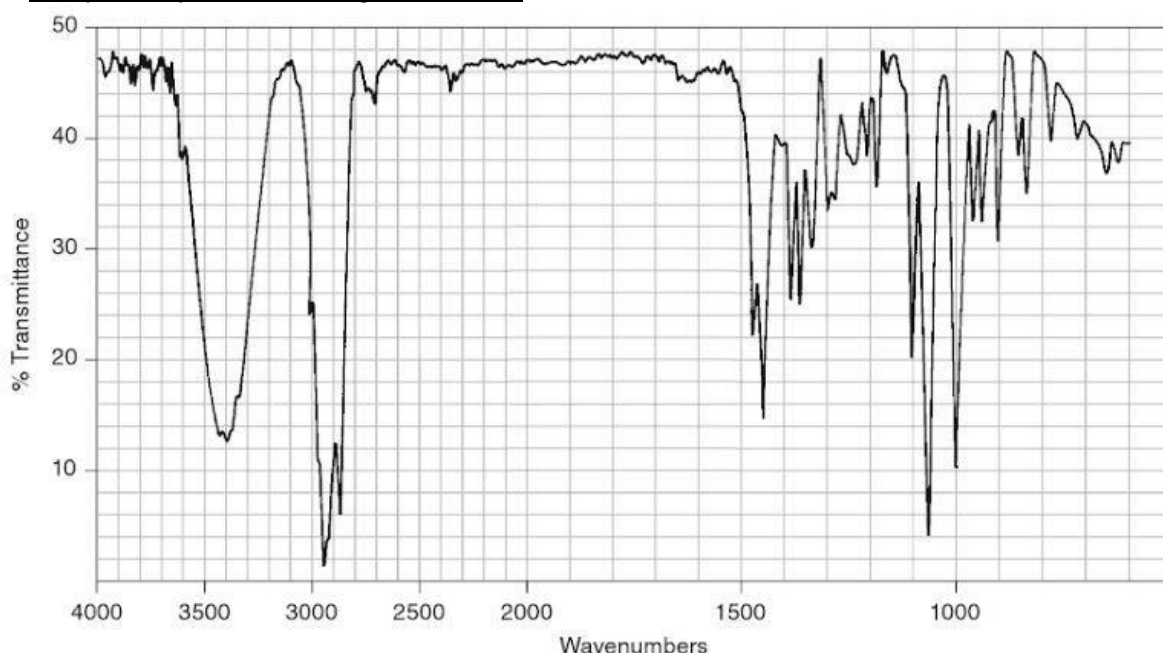
2. Mode opératoire

- Dans un ballon monocol de 100 mL, introduire 1,00 g de bornéol et 5 mL d'éthanoate d'éthyle ; Agiter la solution jusqu'à dissolution complète du bornéol ;
- Ajouter successivement 2,40 g d'oxone®, 80 mg de NaCl et 1,5 mL d'eau distillée ; Agiter le milieu réactionnel à température ambiante pendant 50 minutes ;
- Ajouter 30 mg de chlorure de sodium et agiter pendant 10 minutes supplémentaires.
- Ajouter 15 mL d'eau distillée ;
- Ajouter une pointe de spatule d'hydrogénosulfite de sodium.
Vérifier qu'il ne reste plus d'oxydant dans le milieu en déposant une goutte de la phase aqueuse sur du papier Wattmann imbibé d'iodure de potassium (une coloration brune indique la présence d'oxydant). Si nécessaire, rajouter un peu d'hydrogénosulfite de sodium jusqu'à la disparition totale de l'oxydant.

- Transvaser le milieu réactionnel dans une ampoule à décanter.
Séparer les phases aqueuse et organique, puis extraire la phase organique avec 3×10 mL d'éthanoate d'éthyle.
- Rassembler les phases organiques, les laver avec une solution saturée de chlorure de sodium.
- Sécher sur sulfate de magnésium anhydre ;
- Filtrer sur papier plissé ;
- Evaporer le solvant sous pression réduite.
- Déterminer le rendement.

3. Caractérisation du produit de réaction, le camphre 2

- ✓ Réaliser une chromatographie sur couche mince (CCM) du brut réactionnel (éluant cyclohexane/éthanoate d'éthyle : 2/8).
Utiliser le bornéol comme référence. Déterminer les rapports frontaux du bornéol et du camphre.
- ✓ Analyse de spectre infrarouge du bornéol



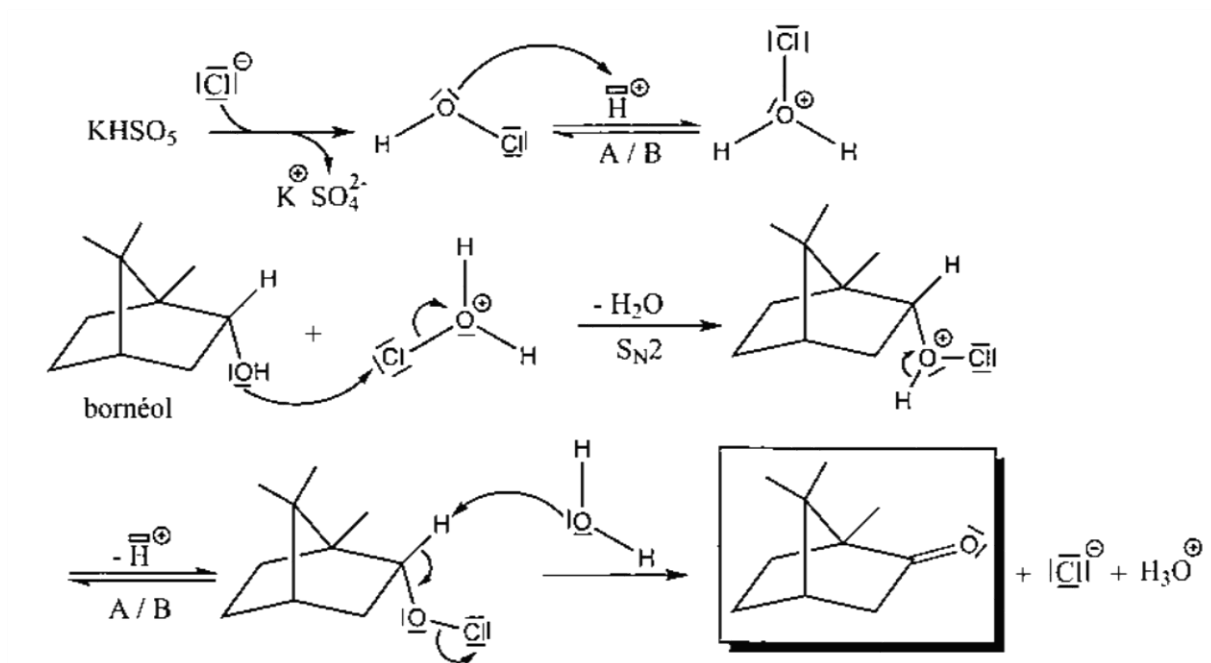
Comment mettre en évidence la disparition de la fonction alcool et la formation de la fonction cétone ?

4. Exploitation des résultats

- Q₁** Quel est le rôle de l'hydrogénosulfite de sodium utilisé en fin de réaction ?
- Q₂** Quelle est la nature de la coloration brune qui apparaît lorsque l'oxydant réagit avec l'iodure de potassium ?
- Q₃** Déterminer la masse molaire du bornéol à partir de sa structure développée, puis déterminer la quantité de matière **3**.
- Q₄** L'oxone®, un sel triple de formule simplifiée ($2 \text{KHSO}_5 \cdot \text{KHSO}_4 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4$), est un produit disponible dans le commerce pour le traitement des piscines (« Brome choc »). Déterminer sa masse molaire. Le peroxymonosulfate étant l'espèce oxydante active, déterminer la quantité de matière d'oxydant utilisé dans cette réaction.
Etablir un tableau d'avancement de mettre en évidence le ratio entre bornéol et oxydant.
- Q₅** Déterminer le rendement de la réaction.

Note à l'intention des professeurs

Le mécanisme de la réaction, présenté ci-dessous me paraît clairement hors programme. Il ne serait pas inclus dans le document distribué aux élèves et ne pourra être évoqué que très brièvement au tableau pendant la séance ou pas du tout.



Qu'en pensez-vous ?

<u>Matériel</u>	<u>Produits (pour 3 postes)</u>
– Ballon + valet de 50 mL ou erlemeyer – agitateur magnétique + turbulent – balance de pesée 0,01 g – balance de pesée 0,001 g – coupelle ou sabot de pesée (×3) – spatule (×3) – Baguette en verre – Bécher (×3) – pipette graduée 5 mL ou 2 mL, – poire (×2) – Pissette eau distillée, – Eprouvette 25 mL – Petite spatule – Papier Wattman, ciseaux – Ampoule à décanter + bécher – Eprouvette graduée de 25 mL – Entonnoir + support + filtre – Evaporateur rotatif – Cuve CCM + lampe UV	– Bornéol – Éthanoate d'éthyle – Oxone – Chlorure de sodium solide – Hydrogénosulfite de sodium – Solution de KI – Solution saturée de chlorure de sodium – Sulfate de magnésium anhydre – Eluant Cyclohexane / Éthanoate d'éthyle 2/8