

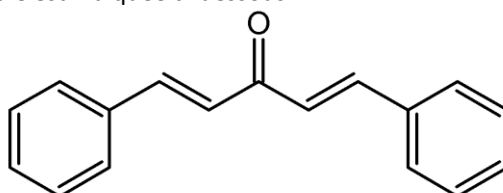
## TP8 – Synthèse de la dibenzalactéone



Synthétiser et évaluer la réussite de la synthèse d'une molécule organique

### Présentation

Le chauffage en milieu basique d'un mélange de benzaldéhyde (*Ph-CHO*) et d'acétone (*propanone*) conduit à la formation de dibenzalacétone, molécule dont la formule est indiquée ci-dessous :



Phrases de sécurité associées aux substances utilisées dans ce TP :

Benzaldéhyde <i>d</i> = 1,04		Nocif en cas d'ingestion Eviter le contact avec la peau.
Propanone <i>d</i> = 0,79		Liquide et vapeurs très inflammables. Provoque une sévère irritation des yeux. Peut provoquer somnolence et vertiges. Tenir à l'écart des sources de chaleur et flammes. <b>Eviter de respirer les vapeurs.</b> <b>Porter des lunettes.</b>
Ethanol		En cas de contact avec les yeux, rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles si la victime en porte et si elles peuvent être enlevées facilement.
Hydroxyde de sodium		Peut être corrosif pour les métaux. Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves. <b>Porter des gants de protection et des lunettes.</b> En cas de contact avec les yeux, rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles si la victime en porte et si elles peuvent être enlevées facilement.

Solubilités :

	Acétone	Benzaldéhyde	4-phénylbut-3-èn-2-one	Dibenzalacétone
<b>Dans l'éthanol</b>	Tte température	Tte température	Tte température	A chaud : oui A froid : très peu
<b>Dans l'eau</b>	Tte température	Très peu	Très peu	Très peu

## Bons réflexes en chimie organique



Choses à faire même si l'énoncé ne le demande pas :

- Calculer les quantités de matière apportées et dresser un tableau d'avancement pour identifier le rôle des différents substances (réactif limitant, réactif en excès, catalyseur, solvant, etc...)
- Préparer le calcul du rendement de manière à ne plus avoir qu'à faire l'application numérique en fin de TP.
- Ranger la paillasse régulièrement pour faciliter votre travail.
- Noter vos observations en cours de synthèse (température, changement de couleur, aspect, etc...) afin de pouvoir les indiquer au jury lors des phases d'échange.

## Travail préparatoire

- En vous basant sur les formules brutes des deux réactifs, écrire l'équation de réaction modélisant la transformation chimique mise en œuvre dans cette synthèse.
- Dresser le tableau d'avancement et préparer le calcul du rendement.
- Lire le protocole et réfléchir aux moyens de protection à mettre en œuvre à partir des données sécurité de la page 1.
- Relire les fiches techniques sur les techniques mises en œuvre ici :
  - Filtration et essorage
  - Recristallisation
  - CCM
  - Mesure d'un point de fusion

## Attentes concernant le compte-rendu

- Schématiser le montage utilisé pour la synthèse.
- Justifier les proportions dans lesquelles ont été introduits les composés.
- Présenter la démarche mise en place pour isoler le produit final sous forme de tableau :

Etape du protocole	Rôle/But

- Déterminer le rendement de votre synthèse.
- Analyser la pureté finale du produit synthétisé :
  - Présenter la température de fusion au format :  $\theta \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  et comparer à la valeur tabulée dans le Handbook
  - Reproduire la CCM et calculer les rapports frontaux.

### Questions spécifiques au TP :

- Pourquoi l'ajout d'éthanol après l'introduction des réactifs permet-elle de mener à bout la transformation ?
- Justifier le choix de l'éthanol comme solvant de recristallisation.

## Protocole

- Dissoudre dans un erlemeyer de 250 mL, 40 mL d'eau permutée et 4 g d'hydroxyde de sodium (attention à son caractère corrosif au moment de la pesée). Quand la dissolution est complète, introduire 30 mL d'éthanol.
- Introduire la solution basique dans le ballon tricol.



*Ne jamais verser un liquide au-dessus d'un appareil électrique. Introduire la solution à côté du dispositif d'agitation.*

- Compléter le montage : réfrigérant à boules, ampoule de coulée isobare, thermomètre, dispositif d'agitation.
- Installer un bain d'eau froide pour **maintenir la température du réacteur à 25 °C** pendant toute la durée de l'expérience.
- Dans un petit bécher, introduire 4,0 mL de benzaldéhyde et 1,45 mL d'acétone, prélevés à l'aide de pipettes graduées. Verser le mélange dans l'ampoule de coulée.
- Introduire environ la moitié de la solution « benzaldéhyde + acétone » dans le ballon. Agiter fortement. *Un précipité doit apparaître.*
- Après environ 5 minutes, introduire le reste du mélange.
- Rincer le petit bécher avec 2 mL d'éthanol. Introduire cette solution, par l'ampoule de coulée, dans le ballon. Laisser réagir 20 minutes.
- Filtrer le solide formé sur Büchner. Couper l'aspiration. Rincer à l'eau **froide** les cristaux sur le Büchner jusqu'à obtenir un pH d'environ 7 pour les eaux de rinçage. **Essorer le solide.**
- Sécher à l'étuve jusqu'à stabilisation de la masse. Noter la masse finale pour le calcul du rendement.
- Recristalliser 3,0 g du brut dans l'éthanol. On utilisera un erlenmeyer rôdé et un réfrigérant à boules pour cela.
- Filtrer les cristaux sur Büchner. Rincer à l'éthanol froid. Essorer le solide.
- Sécher à l'étuve jusqu'à stabilisation de la masse. Noter la masse finale pour le calcul du rendement.

## Contrôle de pureté

- Mesurer le point de fusion du solide synthétisé.
- Réaliser une chromatographie sur couche mince :
  - Eluant fourni : éther de pétrole/acétate d'éthyle(proportions 90/10)
  - Solutions à préparer dans l'acétone dans différents godets :
    - Benzaldéhyde
    - Produit brut
    - Produit recristallisé

## A la fin de la séance

- La paillasse est lavée et remise en ordre à la fin de la séance.
- **Se laver les mains avant de quitter la salle !!**