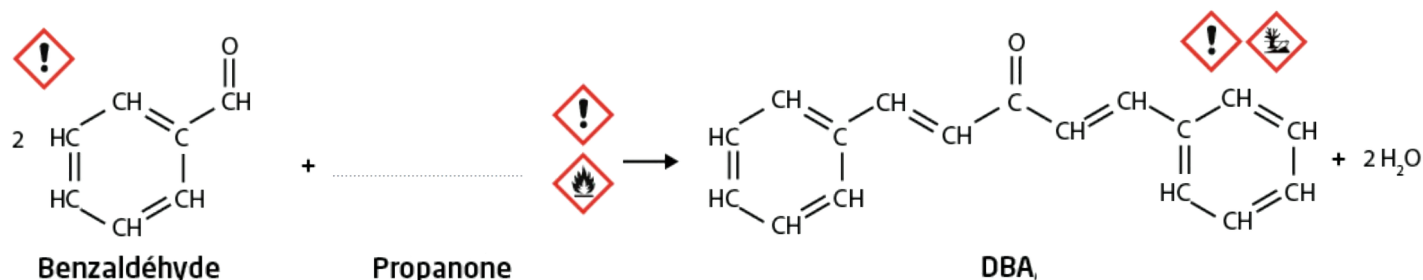


Corrigé

La dibenzylidèneacétone (DBA) est une espèce chimique utilisée dans la composition de crème solaire. Son rôle est d'absorber certains rayonnements UV susceptibles de traverser l'épiderme. Elle peut être préparée en laboratoire par une réaction entre la propanone et le benzaldéhyde. La DBA est un solide de couleur jaune vif qui est insoluble dans l'eau, mais soluble dans l'éthanol. Dans ce TP on veut synthétiser et isoler le DBA.



Entité chimique	Masse molaire (g.mol ⁻¹)	Masse volumique (g.mL ⁻¹)	Température de fusion	Température d'ébullition
Benzaldéhyde	106,0	1,04	-26 °C	178 °C
Éthanol	46,0	0,789	-114 °C	78,4 °C
Propanone	58,0	0,784	-95 °C	56 °C
DBA	234,0	/	113 °C	/

Un échantillon de masse m_{exp} d'une espèce chimique a été synthétisé expérimentalement. Dans l'hypothèse d'une réaction unique et d'une transformation totale, la quantité de réactif limitant introduit permet de calculer la masse maximale m_{max} de cette espèce chimique qui aurait pu être obtenue.

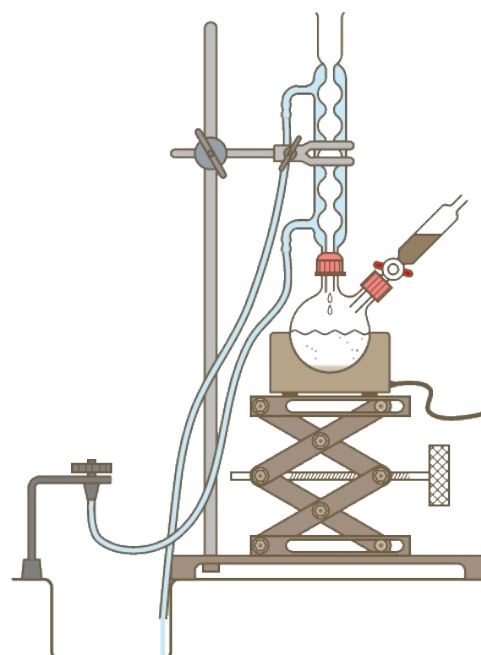
Le rendement r de la synthèse est défini par le quotient de m_{exp} par m_{max} : $r = \frac{m_{\text{exp}}}{m_{\text{max}}}$

Il peut aussi être exprimé en %

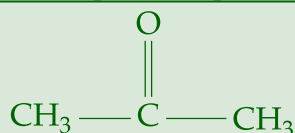
1 Synthèse

Lunettes obligatoires, il est interdit de les enlever pendant toute la durée de la synthèse.

- ▶ Poser le ballon sur l'agitateur magnétique présent sur votre paillasse et introduire :
 - ▷ 30 mL de solution d'hydroxyde de sodium ($\text{Na}^+(\text{aq})$; $\text{HO}^-(\text{aq})$) à $C = 2,0 \text{ mol.L}^{-1}$
 - ▷ 10 mL d'éthanol ;
 - ▷ le barreau aimanté
- ▶ Adapter le réfrigérant à boules sur le ballon et mettre en route la circulation d'eau ;
- ▶ Commencer à agiter le mélange réactionnel.
- ▶ Dans un l'ampoule de coulée **fermée**, préparer puis boucher **sous la hotte** une solution en introduisant :
 - ▷ 3,0 mL de benzaldéhyde ainsi que 1,0 mL de propanone mesurés à l'aide des burettes graduées présentes sous la hotte ;



- ▷ 15 mL d'éthanol.
 - ▶ Avec l'ampoule de coulée, introduire cette solution goutte à goutte dans le ballon.
 - ▶ Laisser le mélange réactionnel sous agitation pendant environ 10 minutes. Pendant ce temps répondre aux questions 1 à 5.
 - ▶ Arrêter la circulation d'eau et enlever le réfrigérant.
 - ▶ Retirer le barreau aimanté présent dans le ballon en utilisant l'une des baguettes magnétiques présentes dans la salle.
 - ▶ Introduire une rondelle de papier filtre dans votre entonnoir Büchner et les humidifier avec un peu d'eau.
 - ▶ Ouvrir l'eau et verser le contenu du ballon au centre de l'entonnoir Büchner.
 - ▶ À la fin de la filtration, essorer le solide obtenu avec du papier absorbant.
1. Compléter l'équation donnée dans le document 1, en écrivant la formule semi-développée de la propanone.



2. Entourer et nommer les groupes caractéristiques présents dans les différentes espèces chimiques qui apparaissent dans l'équation de la réaction.

$\text{C}=\text{O}$ groupe carbonyle, présent dans les 3 molécules.

3. Déterminer les quantités de matière de benzaldéhyde et de propanone utilisées lors de cette synthèse et en déduire la nature du réactif limitant.

$$n_{\text{benzaldéhyde}} = \frac{m_{\text{benzaldéhyde}}}{M_{\text{benzaldéhyde}}} \quad \text{et} \quad m_{\text{benzaldéhyde}} = \rho_{\text{benzaldéhyde}} \times V_{\text{benzaldéhyde}}$$

$$\text{donc, } n_{\text{benzaldéhyde}} = \frac{\rho_{\text{benzaldéhyde}} \times V_{\text{benzaldéhyde}}}{M_{\text{benzaldéhyde}}}$$

$$\text{A.N. } n_{\text{benzaldéhyde}} = \frac{1,04 \times 3,0}{106,0}$$

$$n_{\text{benzaldéhyde}} = 2,9 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

De même,

$$n_{\text{propanone}} = \frac{m_{\text{propanone}}}{M_{\text{propanone}}} \quad \text{et} \quad m_{\text{propanone}} = \rho_{\text{propanone}} \times V_{\text{propanone}}$$

$$\text{donc, } n_{\text{propanone}} = \frac{\rho_{\text{propanone}} \times V_{\text{propanone}}}{M_{\text{propanone}}}$$

$$\text{A.N. } n_{\text{propanone}} = \frac{0,784 \times 1,0}{58,0}$$

$$n_{\text{propanone}} = 1,4 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

$\frac{n_{\text{benzaldéhyde}}}{1} > \frac{n_{\text{propanone}}}{1}$, donc la propanone est le réactif limitant. D'après la stœchiométrie de la réaction, il se forme autant de DBA que la quantité de propanone qui réagit. $n_{\text{max}}(\text{DBA}) = 1,4 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$

État du système (en mol)	Avancement	Benzaldéhyde +	propanone →	DBA	+	2 H ₂ O
État initial	x = 0	2,9·10 ⁻²	1,4·10 ⁻²	0		0
État intermédiaire	x	2,9·10 ⁻² - x	1,4·10 ⁻² - x	x		2x
État final	x _f = x _{max} = 1,4·10 ⁻²	2,9·10 ⁻² - 1,4·10 ⁻² = 1,5·10 ⁻²	0	1,4·10 ⁻²		2,8·10 ⁻²

4. Calculer la masse maximale, m_{max} de DBA que l'on peut espérer obtenir au cours de cette synthèse.

$$m(\text{DBA}) = n_{\text{max}}(\text{DBA}) \times M(\text{DBA}) = 1,4 \cdot 10^{-2} \times 234,0 = 3,3 \text{ g}$$

2 Purification

Le solide synthétisé n'est pas de la DBA pure, il est donc indispensable de le purifier puis de s'assurer de sa pureté grâce à une analyse. Nous allons donc purifier la DBA par recristallisation.

La recristallisation est une technique de purification d'un 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. Les impuretés solubles dans le solvant froid seront éliminées au cours de la filtration finale.

Concrètement le produit à purifier est recouvert d'un minimum de solvant (1) et le mélange est porté à reflux jusqu'à dissolution complète (2). Un lent refroidissement à température ambiante puis dans un bain d'eau glacée conduit à la formation de cristaux (3) qui peuvent être isolés par essorage sous pression réduite sur un entonnoir Büchner.

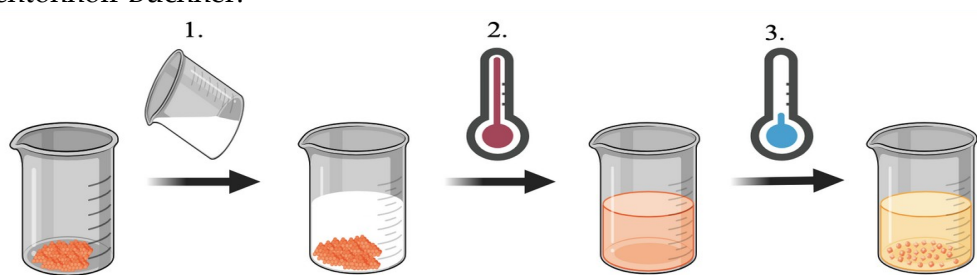


Tableau 1: solubilité du DBA et de ses impuretés

	DBA	Impuretés
à température ambiante	très faible	élevée
à température de vaporisation de l'éthanoate d'éthyle	élevée	très élevée

- Mettre en œuvre le procédé de recristallisation décrit dans le protocole du document 4 en introduisant le **minimum** d'éthanoate d'éthyle nécessaire à la dissolution complète du produit obtenu lors de la synthèse. Mettre le thermostat de votre agitateur chauffant sur 250.
 - Déterminer la masse m_{exp} des cristaux obtenus.
5. Calculer le rendement de la synthèse.

$$\eta = \frac{m_{\text{exp}}}{m_{\text{max}}}$$

6. Si le rendement n'est pas égal à 100 %, trouver des raisons.

Si le rendement est inférieur à 100 %, les causes possibles sont :

- réaction non totale ;
- perte de produit lors de la recristallisation ;
- perte de produit lors de la filtration.

7. Proposer une grandeur à mesurer pour vérifier que le produit purifié est bien la DBA. Réaliser sa mesure sur les cristaux obtenus et conclure.

On peut mesurer la température de fusion T_F au banc Köfler.