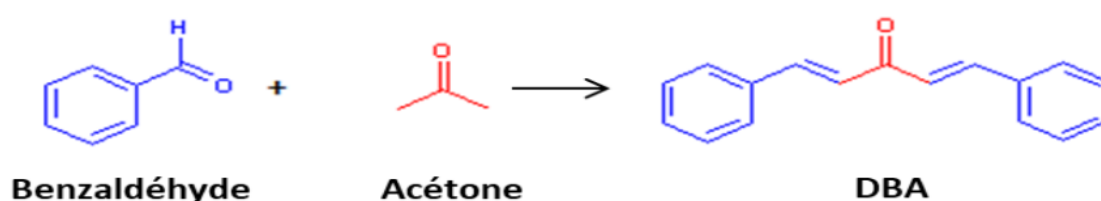


TP 2 : Synthèse de dibenzylidèneacétone DBA

La dibenzalacétone est notamment utilisée comme ligand du palladium dans le complexe qui intervient comme catalyseur homogène dans diverses réactions de couplage croisé : réactions de HECK, NEGISHI, SUZUKI (prix Nobel de chimie 2010) très utilisées en synthèse organique.

La dibenzylidèneacétone est synthétisée par une réaction de condensation en milieu basique du benzaldéhyde et de l'acétone.



Données

Composé	Propanone	Benzaldéhyde	Dibenzalacétone
Masse molaire (g.mol ⁻¹)	58.08	106.12	243.3
Température de fusion (°C)	-95	-26	113
Densité	0.79	1,05	-
Solubilité dans l'eau	Très forte	Faible	Très faible
Solubilité dans l'éthanol	Forte	Forte	Forte (à chaud)

Mode opératoire

1. Synthèse

Dans un erlenmeyer (25ml) muni d'un barreau aimanté, introduire 5 ml de benzaldéhyde et 1.8 ml d'acétone (A). Boucher l'erlenmeyer afin d'éviter l'évaporation de l'acétone.

Dans un erlenmeyer de 100 mL (B). Verser 30 mL de la solution de soude 100 g/L. Refroidir puis ajouter 24 mL d'éthanol. Transverser avec précaution en agitant la moitié du mélange (A) acétone-benzaldéhyde dans (B). Au bout de 2 à 3 mn, il se forme un précipité. Après 15 mn, ajouter tout en agitant, le reste du mélange (A) dans (B). Rincer l'erlenmeyer avec un peu d'éthanol et agiter pendant 20 mn. Filtrer sur Büchner, laver le précipité à l'eau glacée puis essorer le produit. Peser le produit brut.

2. Purification par recristallisation

Introduire le brut de réaction dans un ballon bicol. Ajouter environ 10 ml d'éthanol, fixer un réfrigérant et une ampoule de coulée. Chauffer avec beaucoup de précaution le mélange. Attendre l'ébullition de l'éthanol.

Si le brut n'est pas totalement dissous, rajouter, par l'ampoule de coulée, de l'éthanol, jusqu'à obtenir une solution limpide, tout en restant à la limite d'ébullition du solvant. Faire ensuite recristalliser le produit, d'abord à l'air ambiant puis dans un bain d'eau froide ou de glace.

3. Caractérisation

Noter le point de fusion avant et après la recristallisation.

Questions

1. Calculer les quantités de matière et la masse théorique.
2. Exprimer les rendements suivant en fonction des différentes masses :

R_1 : rendement en produit brut sec

R_2 : rendement de la recristallisation

3. Préciser le rôle de l'éthanol.
4. Pourquoi doit-on maintenir la température entre 20 et 25°C ?
5. Justifier l'emploi d'eau glacée pour le lavage du produit brut.