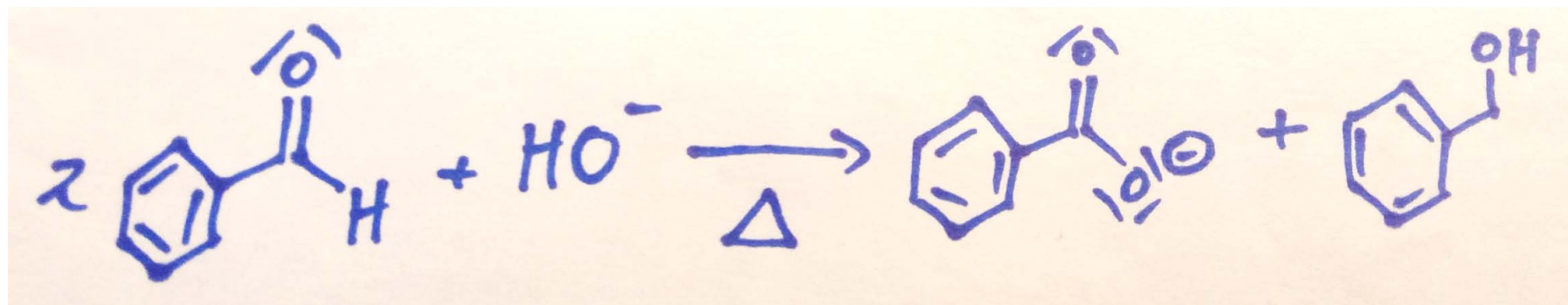


# **LC1 : Séparations, purifications, contrôles de pureté**

# Réaction de Cannizzaro (1853)

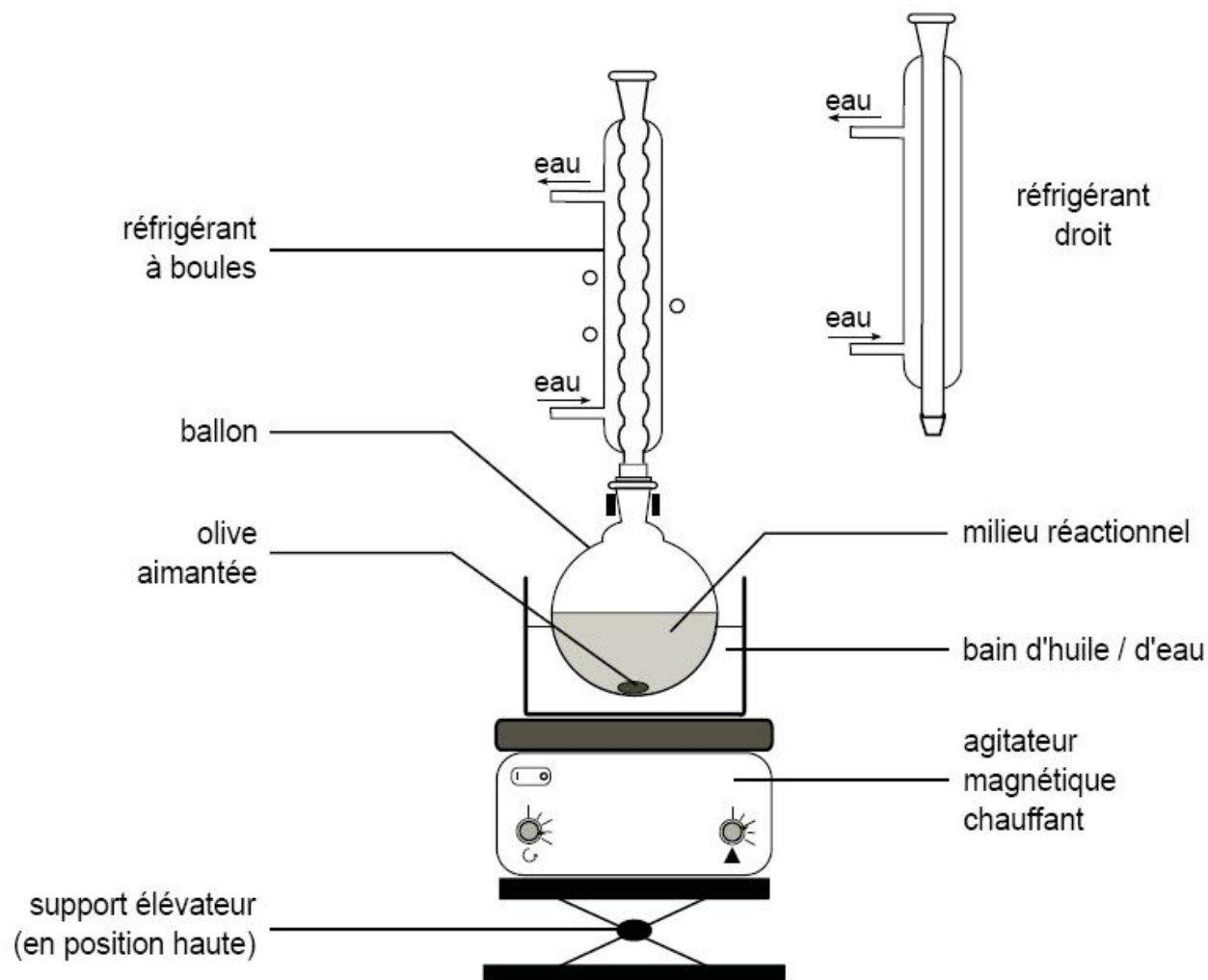


benzaldéhyde

ion benzoate

alcool benzylique

# Montage à reflux



M. Blanchard-Desce, Chimie organique expérimentale, Hermann

## Protocole :

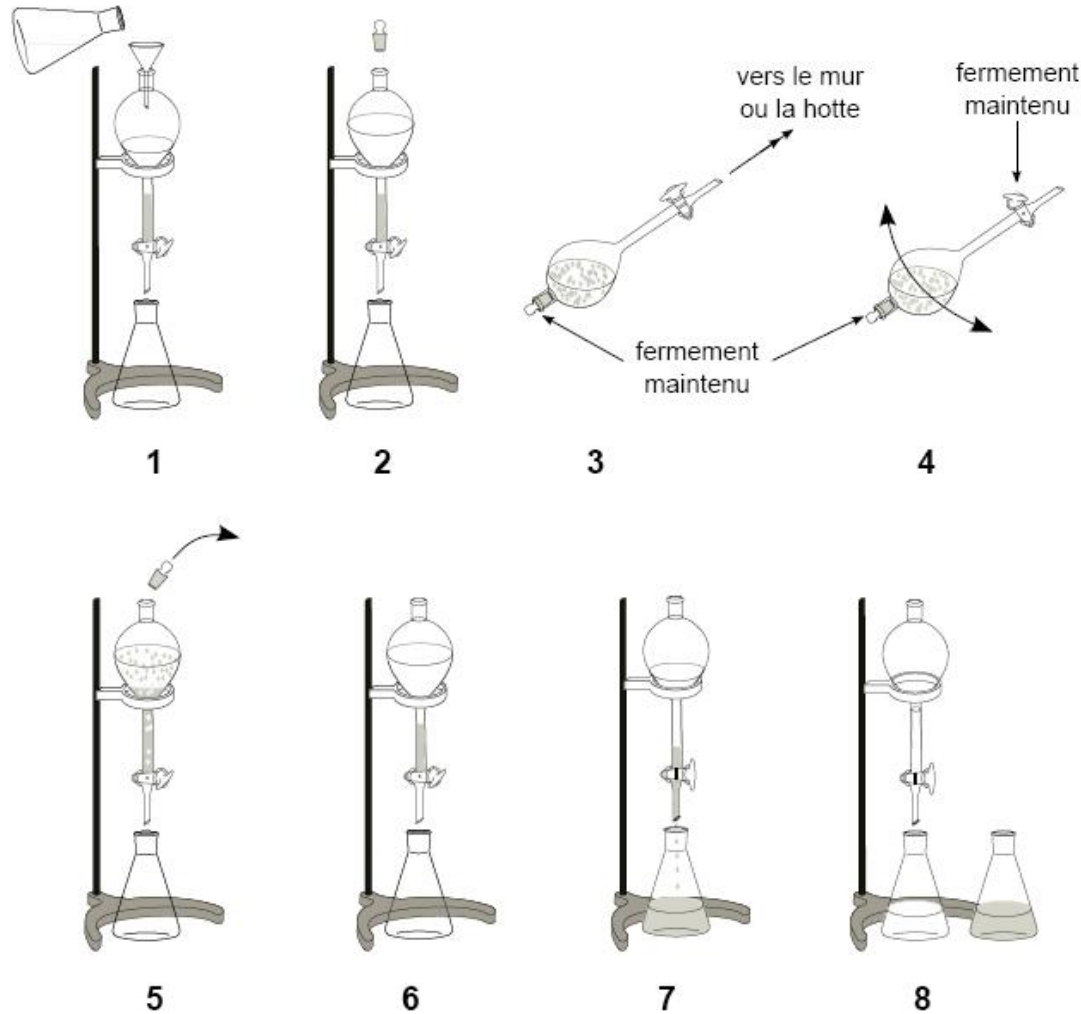
- On prépare une solution basique en introduisant 10 g de potasse dans 10 mL d'eau
- On introduit  $n_{\text{benzald}} = 0,1 \text{ mol}$  de benzaldéhyde dans la solution basique (dans un ballon)
- On réalise un montage à reflux. On chauffe pendant 1h30
- Après l'arrêt de chauffage, on ajoute 10 à 20 mL d'eau dans le ballon pour dissoudre le solide obtenu

⇒ Le brut réactionnel est une solution aqueuse

A.-S. Bernard, Techniques expérimentales en Chimie, Dunod

# Expérience 1

M. Blanchard-Desce, Chimie organique expérimentale, Hermann

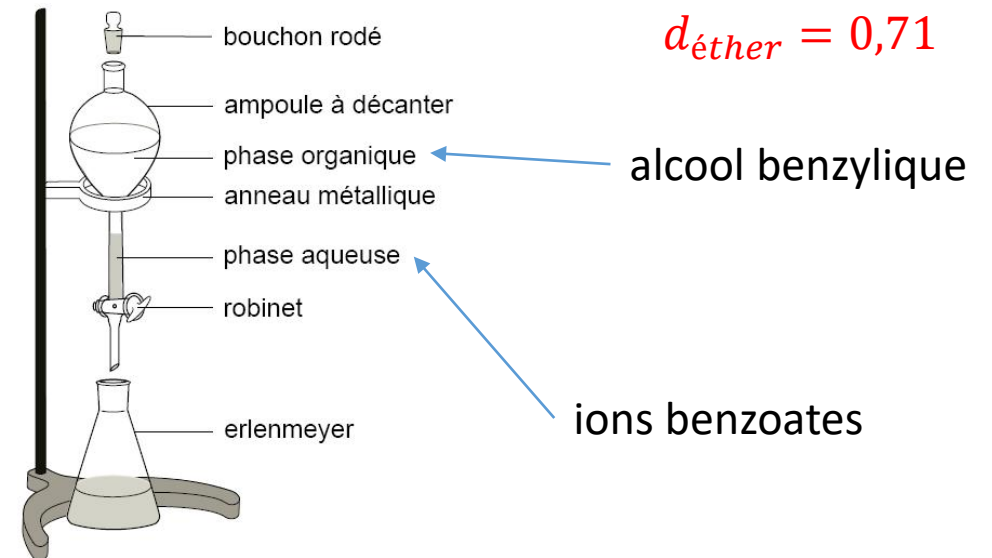


## Protocole :

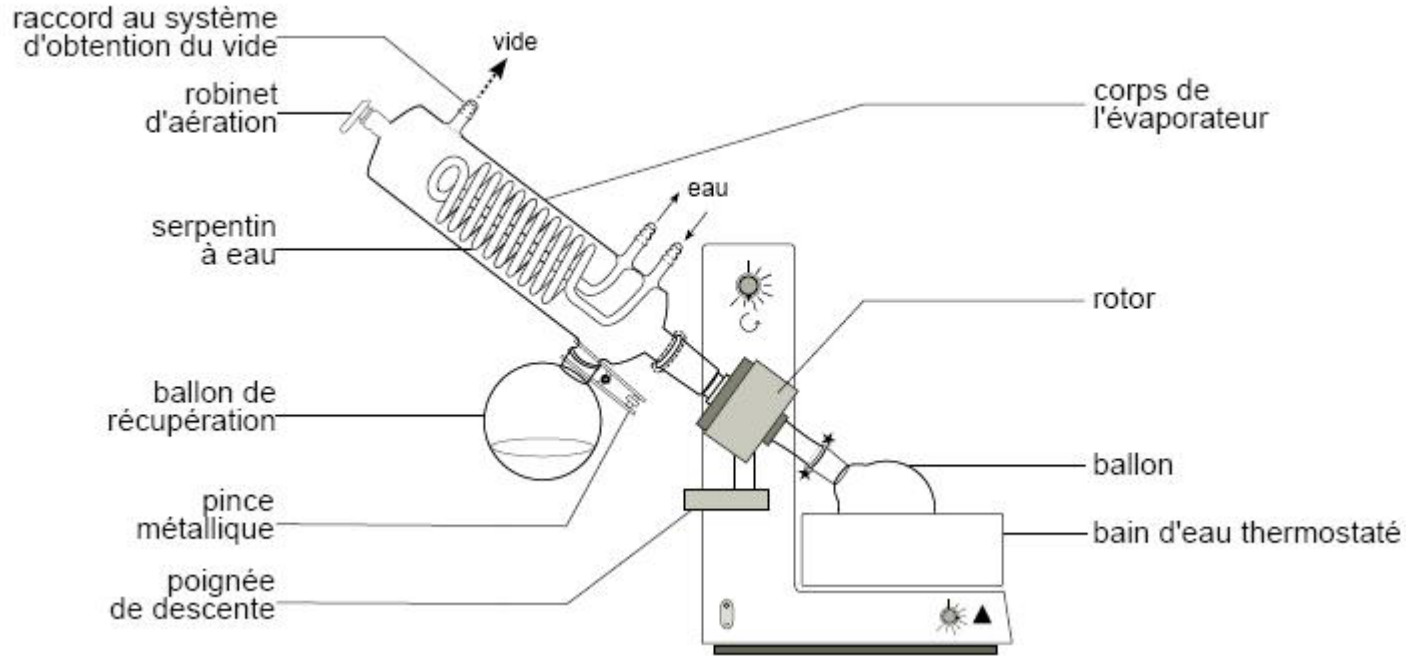
- On verse le brut réactionnel aqueux ainsi que 30 mL d'éther dans l'ampoule à décanter



- On procède comme sur le schéma et on récupère la phase organique et la phase aqueuse
- On répète cette procédure encore trois fois pour s'assurer que tout l'alcool benzylique est passé dans l'éther



# Evaporateur rotatif



A pression atmosphérique:

$$T_{eb, \text{éther}} = 34,5 \text{ °C} < T_{eb, \text{alcool benz}} = 205,3 \text{ °C}$$

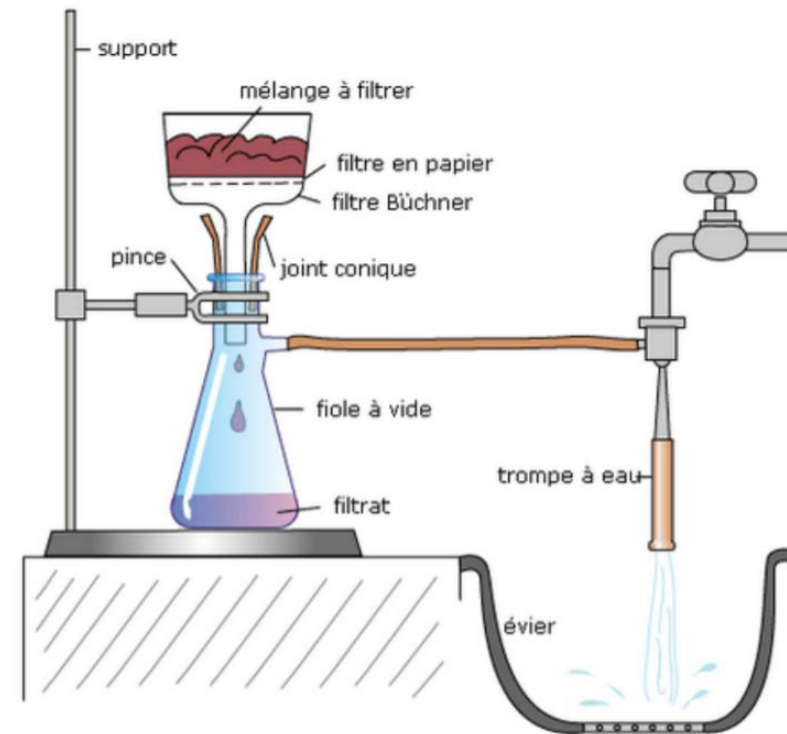
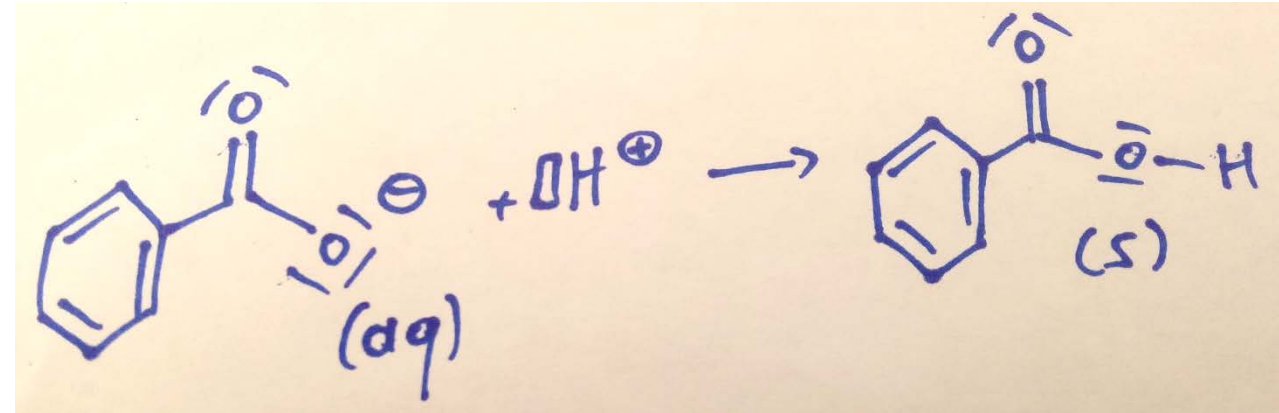
⇒ En utilisant l'évaporateur rotatif sur la phase organique on récupère l'alcool benzylique

A.-S. Bernard, Techniques expérimentales en Chimie, Dunod

# Expérience 2

## Protocole :

- On récupère la phase aqueuse que l'on acidifie avec de l'acide chlorhydrique concentré (réaction exothermique, utiliser un bain de glace)
  - A pH=6 un solide blanc apparaît
- On filtre ce solide (cristaux d'acide benzoïque) sur Buchner

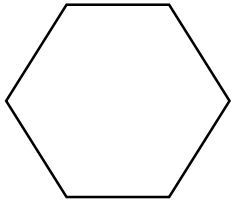


# Expérience 3

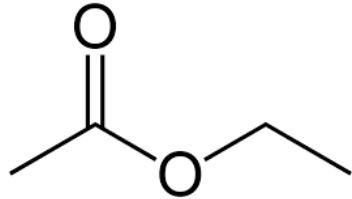
Eluant :

cyclohexane 75

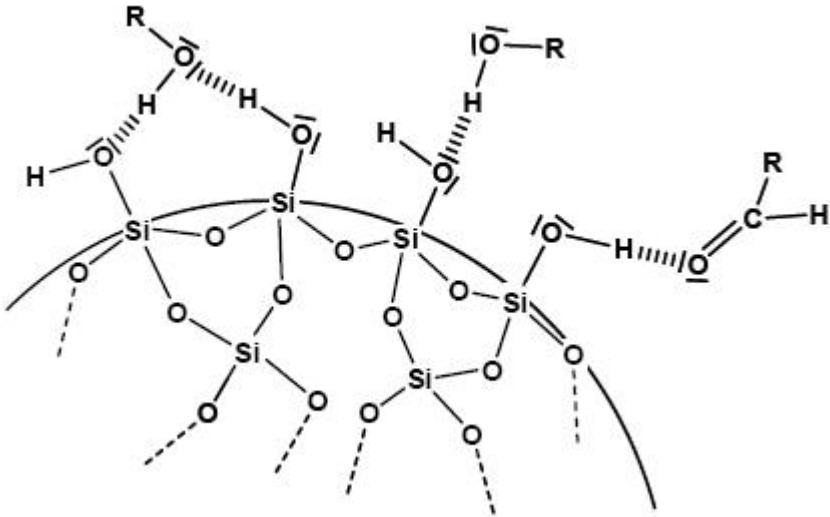
acétate d'éthyle 25



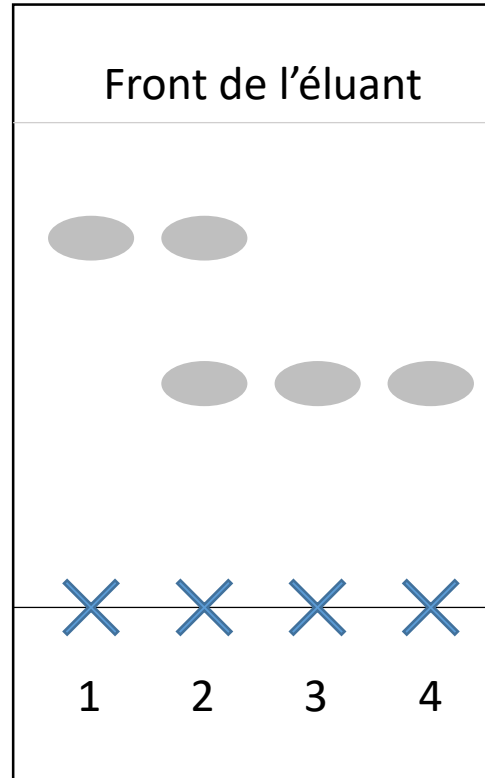
apolaire



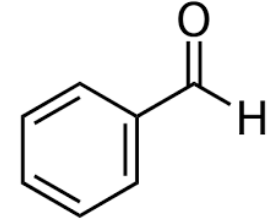
polaire



⇒ interaction meilleure avec alcool qu'aldéhyde  
(plus grand nombre liaisons H)



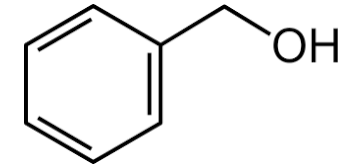
1 : benzaldéhyde pur



2 : codépôt (benzaldéhyde + alcool benzylique)

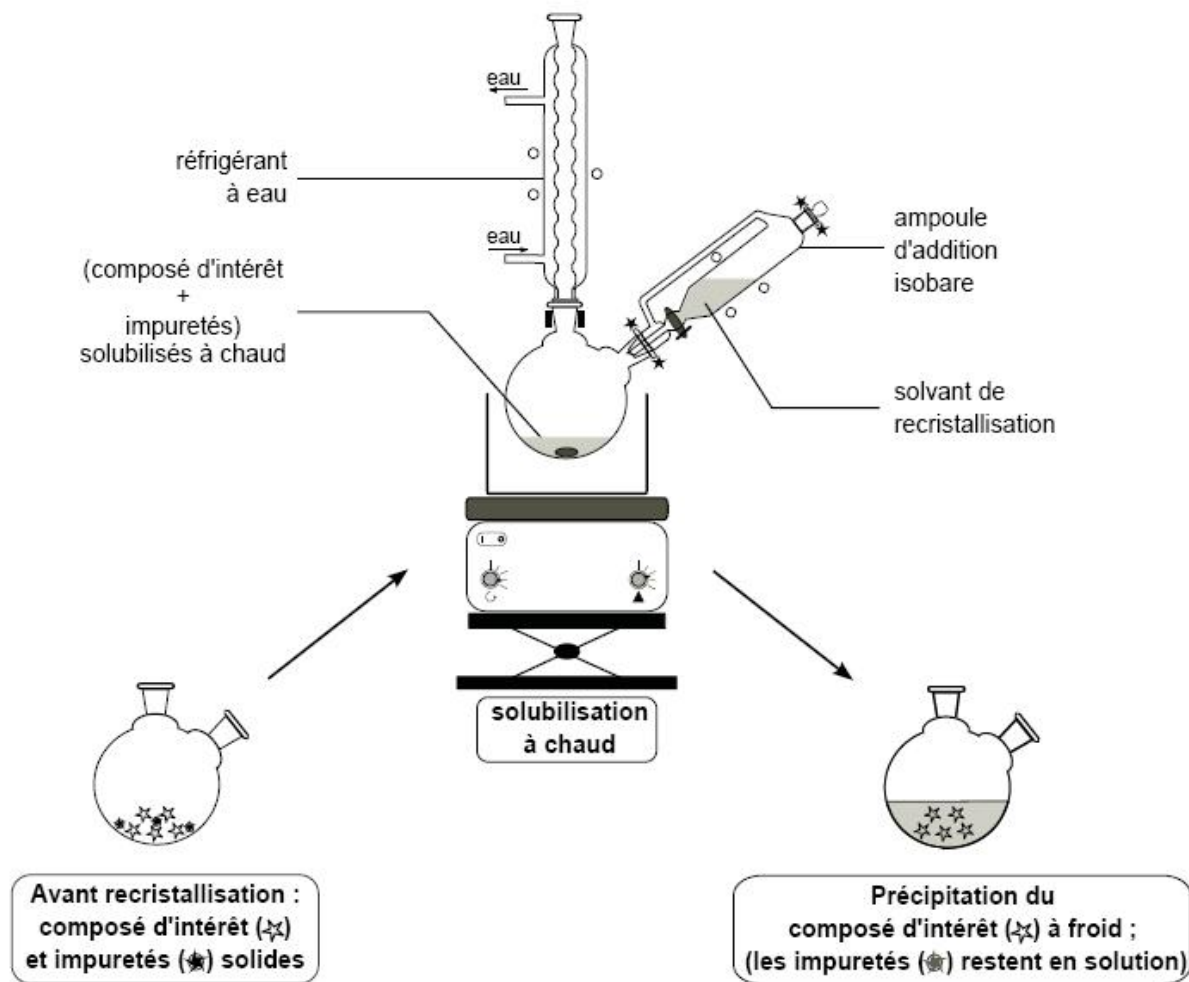
3 : produit de la synthèse

4 : alcool benzylique pur



# Expérience 5

⇒ Solvant de recristallisation : eau distillée

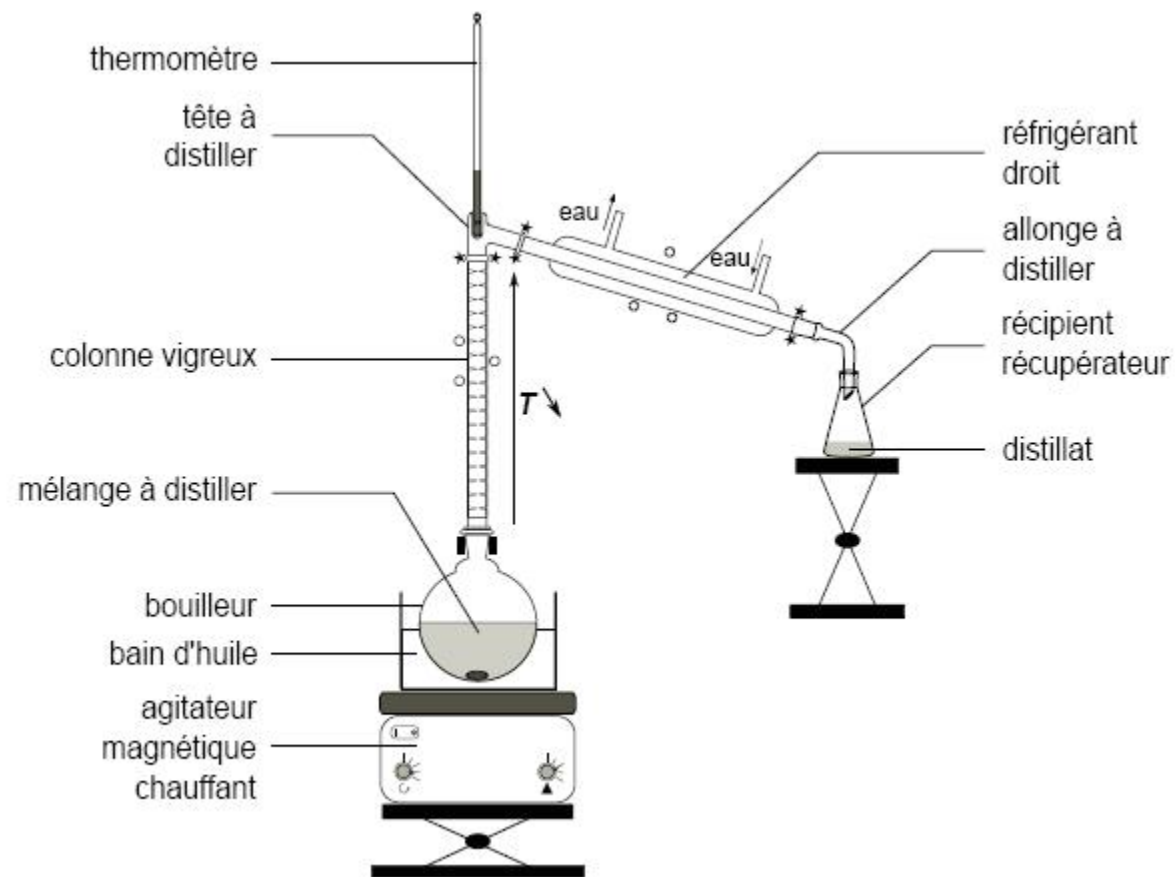
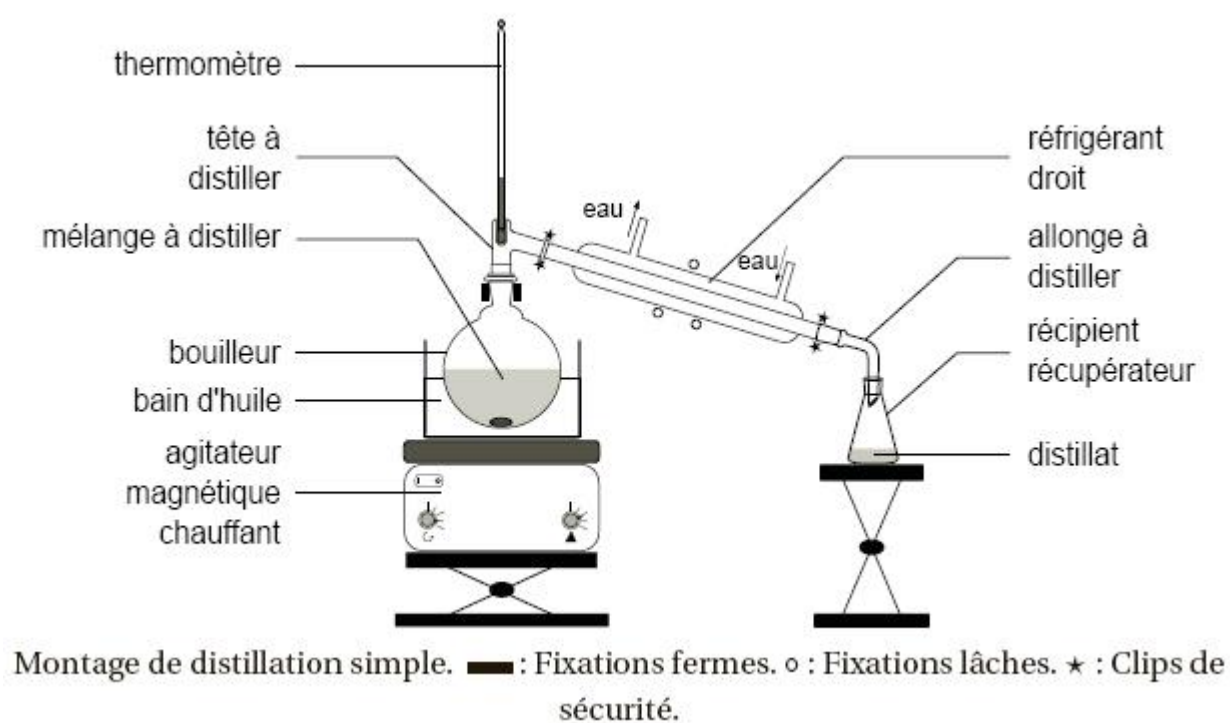


## Protocole :

- Lorsque le solide est complètement solubilisé, arrêter de chauffer et laisser refroidir lentement jusqu'à température ambiante
- Essorer et laver avec du solvant de recristallisation préalablement refroidi
- Après séchage à l'étuve, on peut contrôler la pureté en mesurant le température de fusion au banc Koffler



# Distillation simple et distillation fractionnée



A.-S. Bernard, Techniques expérimentales en Chimie, Dunod