

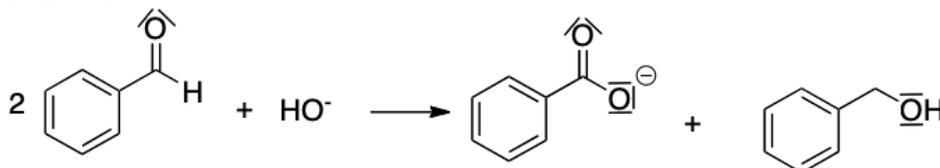
TP Chimie n°3 : Réaction de Cannizzaro

I. Travail préparatoire

- Lire les fiches « La synthèse organique – Isolement, caractérisation et purification d'un liquide » et « La synthèse organique – Isolement, caractérisation et purification d'un solide »

II. Introduction

En présence d'une solution aqueuse d'hydroxyde de potassium concentré (K^+ ; OH^-), le benzaldéhyde (42 mmol, $M = 106 \text{ g mol}^{-1}$) est susceptible de se dismuter en ion benzoate et en alcool benzylique selon la réaction de Cannizzaro. L'équation de réaction suivante modélise cette transformation :



III. Travail à faire

Vous disposez du brut réactionnel issu de la réaction de Cannizzaro (30 mL par groupe). Celui-ci est constitué d'alcool benzylique et de benzoate de potassium (en plus éventuellement de benzaldéhyde si la transformation n'a pas été totale) dans l'éther diéthylique.

Objectifs du TP

- séparer l'alcool benzylique et le benzoate de potassium
- obtenir, purifier et caractériser l'acide benzoïque
- isoler et caractériser l'alcool benzylique
- déterminer le rendement de la réaction de Cannizzaro

Produits disponibles :

- Solution aqueuse de soude concentrée 1 mol L^{-1}
- Solution aqueuse d'acide chlorhydrique 2 mol L^{-1}
- Sulfate de magnésium anhydre
- Plaques de CCM avec éluant et échantillons commerciaux

IV. Données physico-chimiques

Alcool benzylique Ph-CH₂-OH	$M = 108,0 \text{ g.mol}^{-1}$ $T_f = -15,3^\circ\text{C}$ Densité 1,05 Solubilité dans l'eau : faible Très soluble dans l'éther Indice de réfraction à $20^\circ\text{C} = 1,538$	 H302/H332
Benzoate de sodium Ph-COO⁻Na⁺	$M = 144,0 \text{ g.mol}^{-1}$ $T_{eb} = >300^\circ\text{C}$ Très soluble dans l'eau Insoluble dans l'éther	
Acide benzoïque Ph-COOH	$M = 122,0 \text{ g.mol}^{-1}$ $T_f = 122^\circ\text{C}$ Faible solubilité dans l'eau : $1,5 \text{ g.L}^{-1}$ à 10°C Mais assez forte à chaud : 68 g.L^{-1} à 95°C Très forte solubilité dans l'éther $pK_a = 4,2$ à 25°C	
Ether diéthylique	Solvant insoluble dans l'eau Densité 0,71 $T_{eb} = 35^\circ\text{C}$	 H225/H304/H315/H336/ H410

V. Mode opératoire et exploitation

1. Extraction du benzoate de potassium :

- Verser 80 mL de solution aqueuse de soude à $1,0 \text{ mol.L}^{-1}$ dans le mélange réactionnel
- Réaliser une extraction liquide-liquide du mélange réactionnel avec 30 mL d'éther. On prendra soin de conserver la phase aqueuse et la phase étherée.

2. Passage à l'acide benzoïque :

- La phase aqueuse placée dans un erlenmeyer de 100 mL, est refroidie dans un bain d'eau glacée puis acidifiée lentement avec de l'acide chlorhydrique à $2,0 \text{ mol.L}^{-1}$, aussi préalablement refroidie dans le bain d'eau glacée . **La réaction est exothermique.** A $\text{pH} = 6$, un solide blanc apparaît. Acidifier jusqu'à pH proche de 1.

3. Récupération, purification et caractérisation de l'acide benzoïque :

- Essorer le solide obtenu sur Büchner.
- Purifier le solide par recristallisation dans l'eau.
- Une fois le solide bien sec (étuve), peser la masse de produit obtenu et prendre le point de fusion sur Banc Köfler.
- La caractérisation par chromatographie sur couche mince n'est pas réalisée ici.

Commenter les résultats obtenus : Le produit est-il pur ? Quel est le rendement de la réaction ?

4. Récupération et caractérisation de l'alcool benzylique :

- Recueillir la phase organique dans un erlenmeyer de 100 mL et la sécher en ajoutant une spatule de sulfate de magnésium anhydre. Agiter. Si le solide prend en masse et colle aux parois, en ajouter un peu. Agiter. Laisser agir une minute
- Filtrer sur papier filtre plissé ou sur coton de verre dans un ballon adapté à l'évaporateur rotatif
- Évaporer le solvant à l'évaporateur rotatif
- Récupérer le liquide restant dans le ballon ; il s'agit de l'alcool benzylique.
- Mesurer l'indice de réfraction de l'alcool benzylique obtenu.

Commenter le résultat obtenu : le produit est-il pur ?

