

Réaction de Cannizaro

Référence : Chimie organique expérimentale – Blanchard p301 (éventuellement Mesplède p111, mais le protocole est moins bon)

Leçons potentielles : 1

Produits :

Nom	Formule brute	Masse molaire (g.mol ⁻¹)	Densité	Température	Sécurité
Benzaldéhyde	C ₇ H ₆ O	106,13	3,66	T _{eb} = 179 °C	Irritant
Alcool benzylique	C ₇ H ₈ O	108,18	1,04	T _{eb} = 205 °C	Irritant
Acide benzoïque	C ₇ H ₆ O ₂	122,12	1,3	T _{eb} = 249,9 °C	-
Acide chlorhydrique	HCl	36,46	1,19	T _{eb} = 48 °C	Corrosif
Dichlorométhane	CH ₂ Cl ₂	84,9	1,33	T _{eb} = 40 °C	CMR
Cyclohexane	C ₆ H ₁₂	84,16	0,78	T _{eb} = 80,75 °C	Inflammable Irritant CMR Ecotoxique
Diéthyléther	C ₄ H ₁₀ O	74,12	0,714	T _{eb} = 35 °C	Inflammable Irritant
Ethanol pur (pour recristallisation)	C ₂ H ₆ O	46,08	0,789	T _{eb} = 79 °C	Inflammable Irritant
Eau distillée	H ₂ O	18	1	T _{eb} = 100 °C	-
Potasse	KOH	56,11	2,044	T _{eb} = 1324 °C	Corrosif
Sulfate de magnésium anhydre	MgSO ₄	120,368	2,65	-	-

Concentrations :

- Acide chlorhydrique concentré (~36%)
-

Matériels :

Pour la synthèse :

- | | |
|---|---|
| <ul style="list-style-type: none"> ▪ Ballon bicol (100 mL) ▪ Ampoule de coulée ▪ Erlenmeyer (50 mL) ▪ Potence ▪ Pince deux doigts ▪ Pipette graduée de 10 mL ▪ Verres à pied | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Bécher + 2 béchers poubelles ▪ Coupelle de pesée + spatule ▪ Balance ▪ Chauffe-ballon et olive ▪ Éprouvette graduée de 25 mL ▪ Réfrigérant à eau ▪ Pince trois doigts |
|---|---|

Pour l'extraction :

- Potence
- Pince deux doigts
- 2 béchers (un phase orga, un phase aqueuse)
- Ampoule à décanter de 100 mL
- Support d'ampoule
- Éprouvette graduée

Pour le traitement de la phase orga (séchage+ filtration+évaporation) :

- Spatule

- Filtre plissé
- Entonnoir + support
- Ballon adapté à l'évaporateur rotatif

Pour le traitement de la phase aqueuse (acidification + essorage + recristallisation)

- Ballon bicol
- Ampoule de coulée (la même que pour la synthèse)
- Papier pH
- Fiole à vide
- Verre fritté
- Pissette d'eau distillée glacée
- Agitateur magnétique chauffant
- Pipette pasteur en plastique
- Olive
- Support élévateur
- Cristallisoir

Pour la CCM :

- Cuve CCM
- Plaque CCM
- Lampe de révélation UV
- Eprouvette graduée de 10mL
- Capillaire
- Pilulier

Modification protocole :

Pour la synthèse :

Suivre le protocole du Blanchard. Utiliser un chauffe-ballon et non un bain-marie. Le mélange doit prendre en masse. Après l'arrêt du chauffage, verser l'eau avec une ampoule de coulée. Il faut ajouter suffisamment d'eau pour que le mélange devienne orangé, translucide.

Pour l'extraction et le lavage : extraire avec trois portions d'éther diéthylique de 15 mL : plus rapide, surtout si on ne veut pas des produits trop purs. L'acide benzoïque a un pKa de 4-5 : quand on ajoute de l'éther, il peut cristalliser dans l'ampoule à décanter. Avant de le mettre dans l'ampoule, mettre le mélange réactionnel + éther dans un bécher, mesurer le pH, ajouter de l'eau et un peu de soude (pour que $\text{pH} \sim 7$). Puis mettre dans l'ampoule.

Pour la recristallisation :

Laisser le ballon accroché au réfrigérant (pour ne pas perturber la cristallisation). Descendre le dispositif de chauffage et laisser refroidir à l'air. Retirer le dispositif de chauffage, placer un cristallisoir rempli d'eau puis remplacer celui-ci par un mélange eau-glace. Retirer le ballon et essorer à nouveau.

Après la recristallisation, le produit obtenu est gorgé de solvant. Il faut donc le passer à l'étuve avant de pouvoir en faire quelque chose d'intéressant (notamment mesure de la température de fusion).

Pour la CCM (caractérisation du produit orga):

Éluant : dichlorométhane (essayer cyclohexane)

Nombre de dépôt : 5 avec dans l'ordre :

- 1 : alcool benzylique commercial
- 2 : co-dépôt : produit + alcool benzylique
- 3 : produit synthétisé

4 : benzaldéhyde commercial

5 : co-dépôt : produit + benzaldéhyde

Mélanger le produit dans un peu de dichlorométhane (car il ne doit pas être trop concentré).

On peut essayer de déterminer l'indice de réfraction de l'alcool benzylique avec un réfractomètre, mais ça n'avait pas très bien marché...

Remarques éventuelles :

Mécanisme réactionnel, quantités de matières, Téb... dans le Mesplède.