Université Mohamed Khider- Biskra

Année universitaire : 2023/2024

L'enseignante: Khamouli-S

## Module: IP Chimie organique I

Faculté des sciences exacte et sciences de la nature et de la vie

Département de Science de la matière

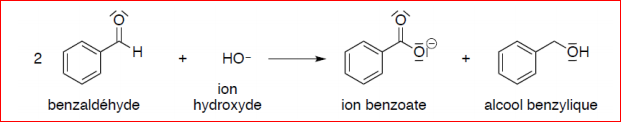
**TP N°04**

**REACTION DE CANNIZZARO**

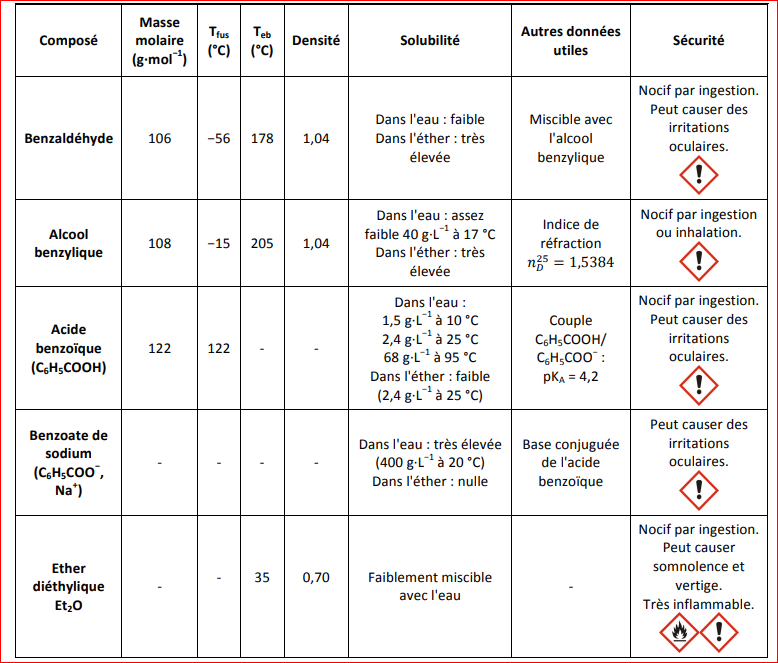
**SYNTHESE DE L’ALCOOL BENZYLIQUE ET DE L’ACIDE BENZOÏQUE**

**Principe :**

La réaction de Cannizzaro est une réaction d’oxydoréduction, en présence de soude concentrée, entre deux aldéhydes ne possédant pas d’atome d’hydrogène en α du groupement carbonyle (cas de l’aldéhyde benzoïque). Une molécule d’aldéhyde s’oxyde en acide (qui apparaît sous forme de son sel) pendant qu’une autre est réduite en alcool primaire :



**Données physico-chimiques :**



**Protocole expérimental :**

**1. Synthèse**

• Sous la hotte, dans un erlenmeyer refroidi à l’aide d’un bain d’eau glacée, dissoudre 10 g d’hydroxyde de potassium dans 10 mL d’eau distillée (attention : réaction exothermique).

• Une fois que l’hydroxyde de potassium est dissous, transvaser la solution dans un ballon rodé à fond plat de 100 mL puis ajouter, 10 mL de benzaldéhyde et un barreau aimanté.

• Chauffer le mélange réactionnel et sous agitation à reflux pendant 30 minutes au moins.

**2. Extraction liquide-liquide**

• Laisser refroidir le milieu réactionnel pendant quelques minutes, verser 25 mL d’eau froide puis agiter jusqu’à obtenir la dissolution complète du solide.

• Verser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter puis ajouter 20 mL d’éther diéthylique, mélanger les deux phases puis laisser décanter.

• Introduire les deux phases dans deux erlenmeyers différents et sécher la phase organique à l’aide de sulfate de magnésium anhydre.

• Analyser chacune des phases par chromatographie sur couche mince. Les dépôts seront comparés à des échantillons témoins de benzaldéhyde, d’alcool benzylique et d’acide benzoïque. L’éluant est un mélange cyclohexane/acétone dans les proportions volumiques 2/1. La plaque sera révélée aux UV.

**3. Traitement de la phase aqueuse**

• Refroidir l’erlenmeyer contenant la phase aqueuse à l’aide du bain d’eau glacée. Sous la hotte, acidifier le milieu jusqu’à un pH inférieur à 4 avec une solution d’acide chlorhydrique.

• Filtrer le solide obtenu sur entonnoir Büchner.

• Casser le vide puis rincer le produit avec deux fois 10 mL d’eau glacée. Essorer à nouveau le solide puis le sécher entre deux feuilles de papier filtre.

• Analyser le solide obtenu par chromatographie sur couche mince. Le dépôt sera comparé à un échantillon de référence d’acide benzoïque. L’éluant est le même que précédemment et la plaque sera également révélée aux UV.

**4. Purification de l’acide benzoïque par recristallisation**

• Dans un erlenmeyer de 100 mL préalablement taré, introduire environ 1 g de solide à purifier.

Ajouter 20 mL d’eau distillée et adapter un réfrigérant à air.

• Chauffer le mélange jusqu’à dissolution complète du solide puis laisser refroidir l’erlenmeyer à l’air libre pendant quelques minutes, et enfin, dans un bain d’eau glacée.

• Filtrer à nouveau le solide sur Büchner.

• Déterminer la température de fusion des cristaux obtenus à l’aide du banc Koffler.

1. Calculer le nombre de moles de potasse et de benzaldéhyde introduit dans le ballon.

2. Quels sont les composés présents dans la phase éthérée ? Justifier

3. Quel est le rôle de l’acidification de la phase aqueuse ? Pourquoi faut-il que le pH final soit inférieur à 4 ?

4. Reproduire et interpréter la CCM obtenue

5. Calculer le rendement brut de la synthèse et le rendement après purification, calculée à partir de la quantité d’acide benzoïque obtenue.