



## Cannizzaro reaction 및 확인

### I. 시약 및 기구

#### 1. 시약

: Benzaldehyde, Benzylalcohol, Benzoic acid, KOH, Diethyl ether, NaHSO<sub>3</sub>, 무수 MgSO<sub>4</sub>, Ethylacetate, Hexane, HCl, 증류수

#### 2. 기구

: TLC판, 핀셋, 모세관, Chamber, 약수저, 피펫, separatory funnel, stand, 클램프, 거름종이, funnel, 100ml 둥근 바닥 플라스크 1개, 100ml 비커 4개, 500ml 비커 1개, 100ml 삼각플라스크 3개, Rotavapor, mp 측정기, 고무마개

### II. 실험방법

1. 100ml 삼각 플라스크에 증류수 4ml + KOH 4g(71.3mmol)을 넣어 완전히 녹인다

→ 즉, 50% KOH 수용액을 제조, 강염기 사용으로 발열반응이므로 ice-bath에서 열을 식히면서 진행

2. Benzaldehyde 4ml(39.5mmol)를 100ml 삼각플라스크에 넣은 다음 1)에서 만들어 둔 50% KOH 용액을 가한다.

3. 삼각 플라스크를 막고 격렬하게 흔들어서 준다.

→ Emulsion이 형성될 때까지, 흔들어서 주면 결정이 생기는 것을 관찰할 수 있다.

4. 이 화합물에 2ml 정도의 증류수를 가한 후 여러장의 TLC 판에 이 화합물을 찍어둔다.

(Starting Material 자리)

5. 4)의 화합물을 separatory funnel에 넣고 diethyl ether(유기용매) 20ml로 3번 추출한다.

→ 아랫 부분이 수층, 윗 부분이 유기층(왜 그런지 이제 이 정도는 알죠? --+)

6. 다 세척한 수용액 층은 잘 보관한다.

→ 버리지 말 것!! 수용액 층에도 무언가가 존재함.

7. 5)에서 추출해 낸 유기층을 MgSO<sub>4</sub>로 건조하고 중력여과로 거른다.

8. 20% NaHSO<sub>3</sub> 수용액으로 이 용액을 세척한다.

9. 이 용액을 다시 물로 세척하고 MgSO<sub>4</sub>로 건조하고 중력여과로 거른다.

10. Rotavapor를 사용하여 ether를 제거한 후 TLC로 spot의 위치를 확인한다. (Product Material 자리)

11. 증류수 5ml에 Conc. HCl 10ml을 섞어 그 용액에 6)에서 보관해둔 수용액층을 넣는다.

12. 잘게 부순 얼음 10g 정도를 함께 넣어 격렬하게 휘저어 둔다.

13. 결정을 여과시킨 후 역시 TLC로 spot의 위치를 확인한다. (Product Material 자리)

(전개용매 Ethylacetate : Hexane = 1 : 9)

14. 각각의 혼합물 수율을 계산한다.

#### 15. 확인법

Benzyl alcohol : TLC 확인(시약용 Benzyl alcohol과 비교)

Bezoic acid : m.p 측정 (122°C)