

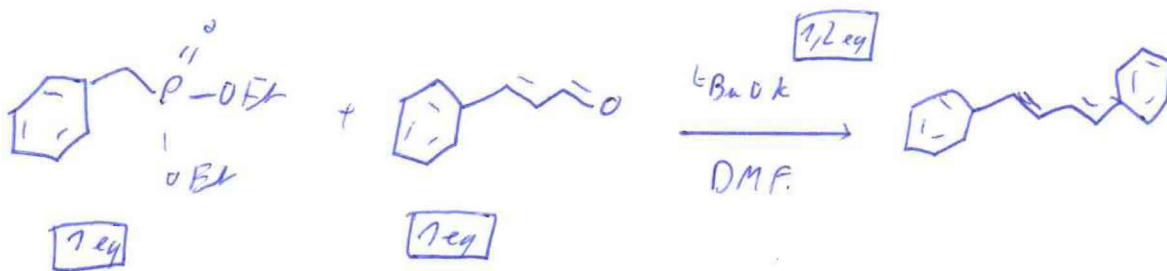
Lea C.

Réaction d'Höner-Wadsworth-Emmons

Biblio: Blanchard p 375

Produits:

- Benzylphosphonate de diéthyle
- Cinnamaldehyde
- DMF
- tert-butanoate de potassium (inflamable)
- méthanal
- cyclohexane



Protocole:

- Introduire 1,8g de $t\text{-BuOK}$ dans un ballon de 50 mL avec 15 mL de DMF, agiter
- Ajouter 3 mL de benzylphosphonate de diéthyle \Rightarrow milieu jaune = carbonio de phosphonate
- Refroidir dans un bain eau-glace
- Ajouter 1,8 mL de cinnamaldehyde
- Après 10 min d'agitation, revenir à T amb, ajouter 20 mL d'eau et 10 mL d'EtOH.

Rq: couleur rouge due au sous-produit: phosphate

Traitement: Essorage du solide sur Büchner:

- Filtrer sous Büchner, laver avec de l'eau distillée de méthanal froid \rightarrow phosphate \rightarrow $t\text{-BuOK}$
- Réagérer le solide dans un verre de montre blanc et essorer \rightarrow cinnamaldehyde
- \rightarrow solide blanc

Recristallisation Menallogatam : Recristalliser dans du cyclohexane
($\approx 10 \text{ ml/g}$) , filtrer sans pichen et peser le solide

Caractérisation : Banc Köpfer $T_f = 151 - 154^\circ\text{C}$
CCM But, produit recristallisé, cinnamaldehyde
Eluant = ether de pétrole

IR

RMN

R_g : cinnamaldehyde = cinnamone (cannelle)

DMF : polaire, aprotique, désolvant

pKa d'acide phosphore ≈ 20

Réaction stéréosélective $\Rightarrow E$

HWE : sans produit + facile à blanchir que OPPh_3 Wittig

Phosphate : Anhydre à partir de phosphite et donne halogéné

⚠️ Produit un peu soluble dans eau-DMF

Mettre froid pour limiter la solubilité du produit