

Manipulation 14 : Epoxydation du citral

Matériel et produits :

- Citral 3,7-diméthyl-2,6-octadienal (CAS : 5392-40-5)
- Peroxyde d'hydrogène à 30% (7722-84-1)
- p-anisaldéhyde (123-11-5)
- soude à 6M
- sulfate de magnésium anhydre
- Ether diéthylique, Acétate d'éthyle

Protocole :

Dans un ballon tricol de 50mL, ajouter :

- 1mL de citral
- 7mL d'EtOH
- Refroidir à -10°C avec un bain d'eau glacée avec du sel
- Ajouter dans l'ampoule de coulée un mélange de 0,7mL de H₂O₂ à 30% et 1,2mL de NaOH 6M
- Ajouter goutte-à-goutte la solution

Après 15min d'agitation contrôle l'avancement par CCM :

- Prélever 0,1mL du brut réactionnel
- Faire une mini-extraction avec Et₂O

Laisser revenir le mélange à température ambiante et agiter 5min supplémentaire

Ajouter 25mL d'eau distillé et 10mL d'Et₂O

Séparer les phases puis extraire la phase aqueuse par 2x10mL d'Et₂O

Laver les phases organiques avec 25mL de NaCl saturée

Sécher sur sulfate de magnésium anhydre, filtrer et évaporer le solvant dans un ballon taré (m =)

Caractérisation :

CCM (éluant : EtOAc/ether de pétrole : 3/7) révélée au para-anisaldéhyde

IR et RMN

CPV : colonne apolaire, four : rampe de 50°C à 250°C (20°C/min), T_{four} = T_{inj} = 250°C, débit : 1mL/min