

Manipulation 334 : Synthèse et titrage d'un organomagnésien

Matériel et produit :

- Garde à CaCl_2 anhydre
- Magnésium métallique
- Diéthyle éther anhydre
- Cinnamaldéhyde
- 1-bromopentane
- Solution aqueuse de HCl à 2M
- Solution aqueuse saturée de NaHCO_3
- Solution aqueuse saturée de NaCl
- MgSO_4 anhydre

Protocole :

Préparer un bain de glace

Dans un ballon tricol de 250mL, équipé d'un réfrigérant muni d'une garde CaCl_2 anhydre, d'une ampoule de coulée isobare et d'un barreau aimanté :

- Introduire 0,8g (32,9mmol) de magnésium finement broyé et 10mL d' Et_2O anhydre
- Dissoudre 4mL (32,3mmol) de 1-bromopentane dans 10mL d' Et_2O anhydre et introduire la solution dans l'ampoule de coulée.
- Verser environ 2-3mL de la solution sous agitation
- Le milieu réactionnel se trouble et chauffe quand la réaction démarre. Sinon chauffer le ballon pour lancer la réaction
- Ajouter ensuite goutte-à-goutte en surveillant le reflux
- Agiter 15min puis refroidir dans un bain d'eau glacé
- Dissoudre 2,3mL (19,4mmol) de cinnamaldéhyde dans 10mL d' Et_2O anhydre et verser la solution dans l'ampoule
- Ajouter goutte-à-goutte et agiter pendant 10min après la fin de l'ajout

Traitements :

- Ajouter 40mL de HCl à 2M goutte-à-goutte jusqu'à dissolution des sels
- Séparer les phases
- Laver la phase organique par 2x10mL de NaHCO_3 dans un erlenmeyer et 10mL de NaCl saturée
- Sécher avec MgSO_4 anhydre
- Evaporer le solvant dans un ballon taré

Caractérisation :

Indice de réfraction ($n =$ à $T =$)

IR et RMN

$m_{\text{produit}} =$