

Manipulation 365 : Transposition de Claisen

Matériel et produits :

- éther d'allyle et de 4-toyle
- éthylèneglycol
- NaOH à 10M
- Pentane
- HCl à 6M
- NaCl saturée
- Sulfate de magnésium anhydre

Protocole :

Dans un ballon de 50mL muni d'un réfrigérant, introduire :

- 2g d'éther d'allyle et de 4-toyle
- 10mL d'éthylèneglycol

Porter le milieu réactionnel à 210°C pendant 1h30 (bien calorifuger le ballon)

Refroidir à température ambiante puis dans un bain d'eau glacée.

Ajouter 20mL d'eau et 8mL de NaOH à 10M en agitant

Séparer les phases dans une ampoule à décanter

Laver la phase aqueuse par 2x10mL de pentane

Acidifier la phase aqueuse dans un erlenmeyer en ajoutant HCl à 6M (environ 20mL) jusqu'à $\text{pH} < 7$

Extraire par 3x10mL de pentane puis laver les phases organique par 10mL de NaCl saturée

Sécher sur sulfate de magnésium anhydre, filtrer puis évaporer le solvant

En parallèle, relancer une autre manipulation avec seulement 1g de produit

Caractérisation :

CPV : $T_i = T_d = 170^\circ\text{C}$ et $T_f = 160^\circ\text{C}$ (colonne apolaire)

IR, RMN

Indice de réfraction (théorique = 1,5310)