

Réaction de Wittig-Horner-Wadsworth-Emmons

Biblio : Blanchard p375

Montages : MC1, MC2, MC3, MC5

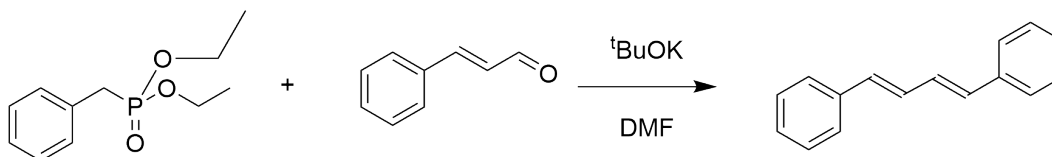


Figure 1: Schéma réactionnel de la réaction

1 Produits :

- cinnamaldéhyde
- benzylphosphonate de diéthyle
- ter-butanoate de potassium
- DMF
- MeOH

2 Phases de manipulation :

- (lancement)
- CCM
- Filtration sur fritté
- lavage
- IR
- Tfus
- UV-vis

3 Mode opératoire :

Noter les changements de couleur !

Dans un ballon monocol de 50 mL contenant 1,8 g de *ter*-butanoate de potassium dans 15 mL de DMF, ajouter 3 mL de benzylphosphonate de diéthyle.

Refroidir le ballon dans un bain de glace et ajouter sous agitation 1,8 mL de cinnamaldéhyde.

Contrôler l'avancement par CCM (éluant éther de pétrole/AcOEt 80/20).

Après 10 min, le mélange n'évolue plus. Laisser alors le mélange revenir à température ambiante (10 min) puis ajouter 10 mL d'eau distillée et 10 mL de méthanol.

Séparer le brut en deux

Récupérer le solide insoluble par filtration sur fritté. Le laver avec de l'eau et ensuite avec un peu de méthanol froid.

Sécher et peser le produit obtenu.

Le produit peut être recristallisé dans le méthylcyclohexane (10 mL/g) ou dans un mélange toluène/méthanol (30/70).

4 Caractérisations

On obtient un rendement d'environ 90%.

$T_{fus,tab} = 153\text{ }^{\circ}\text{C}$

Informations spectrales du produit sur le webbook. (produit = bistyryl)

On a $\epsilon = e45$ pour $\lambda = 300\text{ nm}$ donc bien de l'ordre d'une transition $\pi - \pi^*$ autorisée de spin et de symétrie.

5 Interprétation :

Changements de couleurs et diastéréosélectivité.

Après ajout du cinnamaldéhyde, rouge, Phosphate précipite.

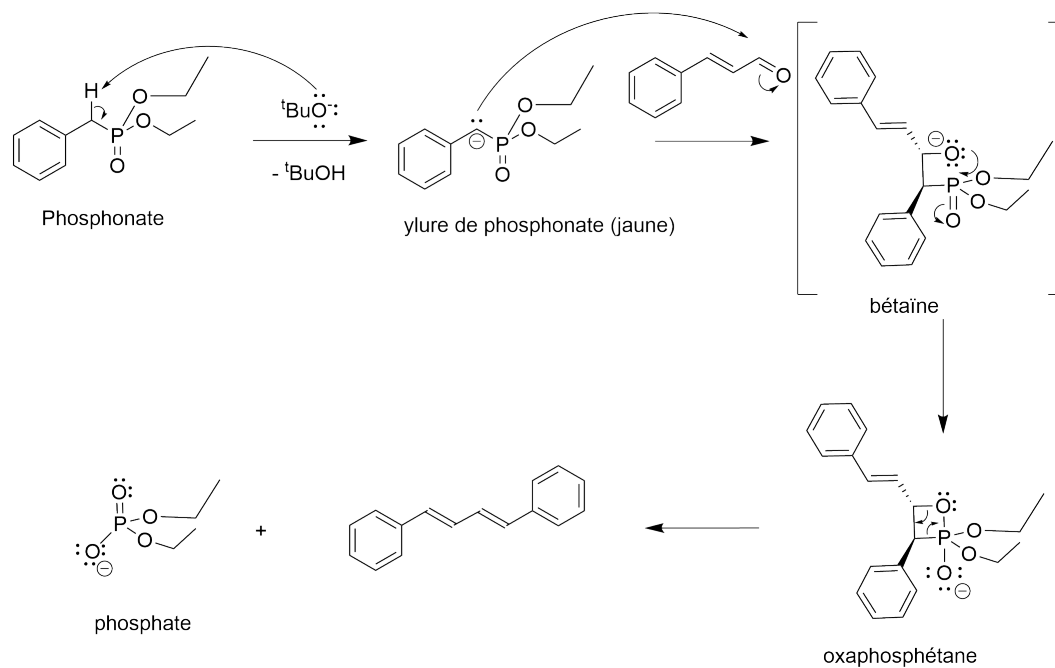


Figure 2: Mécanisme de la réaction