

Synthèse d'un organomagnésien

Biblio : Grüber p419 Fuxa,

Montages : MC1, MC2

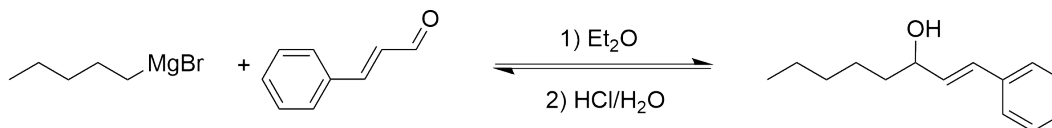


Figure 1: Addition du bromure de pentylmagnésium sur le cinnamaldéhyde : synthèse du 1-phenyl-1-octene-3-ol

1 Produits :

- bromure de pentyl magnésium (commercial ou synthétisé), titré
- cinnamaldéhyde
- éther diéthylique anhydre
- HCl 2 M
- Solution d'hydrogénocarbonate de sodium
- Solution de saumure saturée
- Sulfate de sodium anhydre

| Composés | M(g mol ⁻¹) | d | état | T _{fus} | T _{eb} | quantité | danger |
|-----------------------------|-------------------------|------|-------------|------------------|-----------------|-------------------|--------|
| bromure de pentyl magnésium | 175,36 | / | En solution | / | / | 30 mmol = 1 eq | |
| cinnamaldéhyde | 132, 16 | 1,05 | Liquide | -9 °C | 250 °C | 27 mmol = 0,95 eq | |

2 Phases de manipulation :

- Lancement
- CCM du brut hydrolysé
- Lavage
- IR
- RMN

3 Mode opératoire :

Le ballon contenant l'organomagnésien synthétisé précédemment est placé dans un **bain de glace**.

Une fois le mélange réactionnel refroidi, on ajoute goutte-à-goutte une solution de cinnamaldéhyde (léger défaut par rapport à l'organomagnésien selon le résultat trouvé au dosage) dans 10 mL d'éther diéthylique (très exothermique !).

Une fois l'addition terminée, on agite le mélange réactionnel pendant 10 minutes supplémentaires et on ajoute au mélange réactionnel environ 40mL d'une solution de 2 M d'HCl (jusqu'à dissolution totale des sels formés). L'ajout se fera par l'ampoule de coulée.

Séparer le ballon en deux

La phase étherée est séparée au moyen d'une ampoule à décanter, traitée avec une solution d'hydrogénocarbonate de sodium (neutralisation HCl) puis lavée avec une solution saturée de chlorure de sodium (préséchage), puis séchée sur sulfate de sodium. L'éther diéthylique est évaporé à l'aide de l'évaporateur rotatif.

4 Caractérisations :

CCM Cyclohexane/AcOEt (80/20) : on ne doit plus observer de cinnamaldéhyde.

IR : réactif et produit

RMN

Tfus

5 Interprétation :

Régiosélectivité : les organomagnésiens peuvent s'additionner en 1,2 ou en 1,4. En 1,4 on a un équilibre céto-énolique et on retrouve la cétone. Le spectre IR confirme alors un spectre 1,2