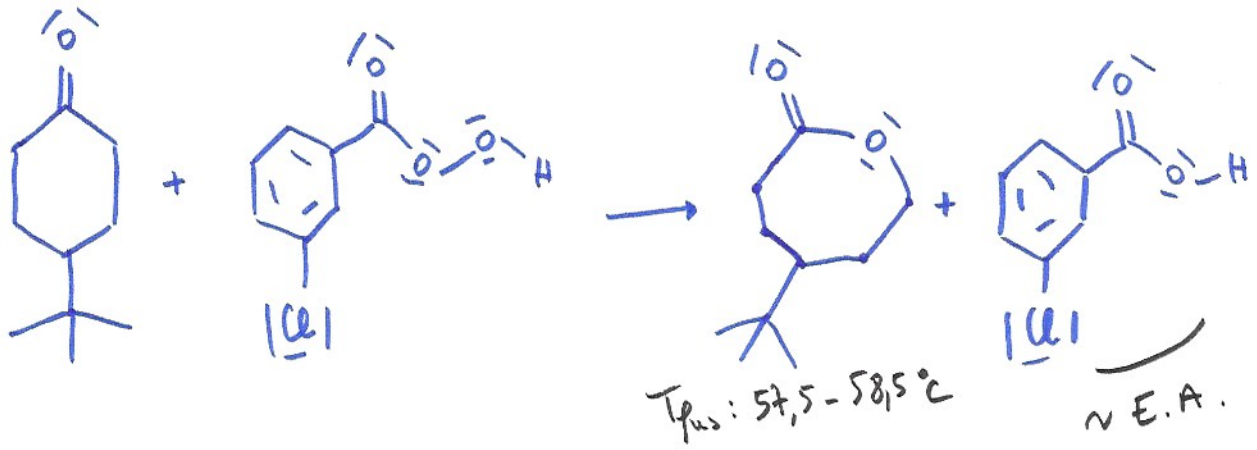


Lactonisation de Baeyer-Villiger

(d'après JCE 2005 p. 1837)



Durée \approx 2h

Réactif	π (g.mol ⁻¹)	éq.	T_f (°C)	T_{eb} (°C)
4-tert-butylcyclohexanone	154,25	1	47-50	113-116
m-cpba	172,57	2	69-71	—

Protocole : Dans un ballon, ajouter 0,50 g (3,2 mmol) de 4-tert-butylcyclohexanone et 1,12 g (6,49 mmol) de m-cpba. Ajouter un réfrigérant immédiatement au ballon. Après 2 minutes, la réaction commence à s'échauffer et à baller. Agiter le milieu réactionnel à l'aide d'une spatule toutes les 5 minutes pendant 30 minutes. Une fois la réaction terminée (CCN ?), le milieu est traité avec une solution aqueuse de bisulfite de sodium à 20% pour décomposer l'excès de peroxyde. Le milieu est transféré

dans une ampoule à décanter, agité ; puis la phase organique est récupérée (ajouter de l'éther de pétrole dans l'ampoule). La phase organique est lavée avec une solution aqueuse de bicarbonate de sodium. La phase organique est récupérée, séchée sur sulfate de magnésium anhydre, filtrée (papier filtre) puis le solvant est retiré à l'évaporateur rotatif.

Le résidu blanc cassé est lavé avec une petite quantité de pentane froid sur Buchner.

Le produit obtenu peut être recristallisé avec une quantité minimale de cyclohexane. La pureté du produit peut être évaluée par un point de fusion.

Remarques protocole :

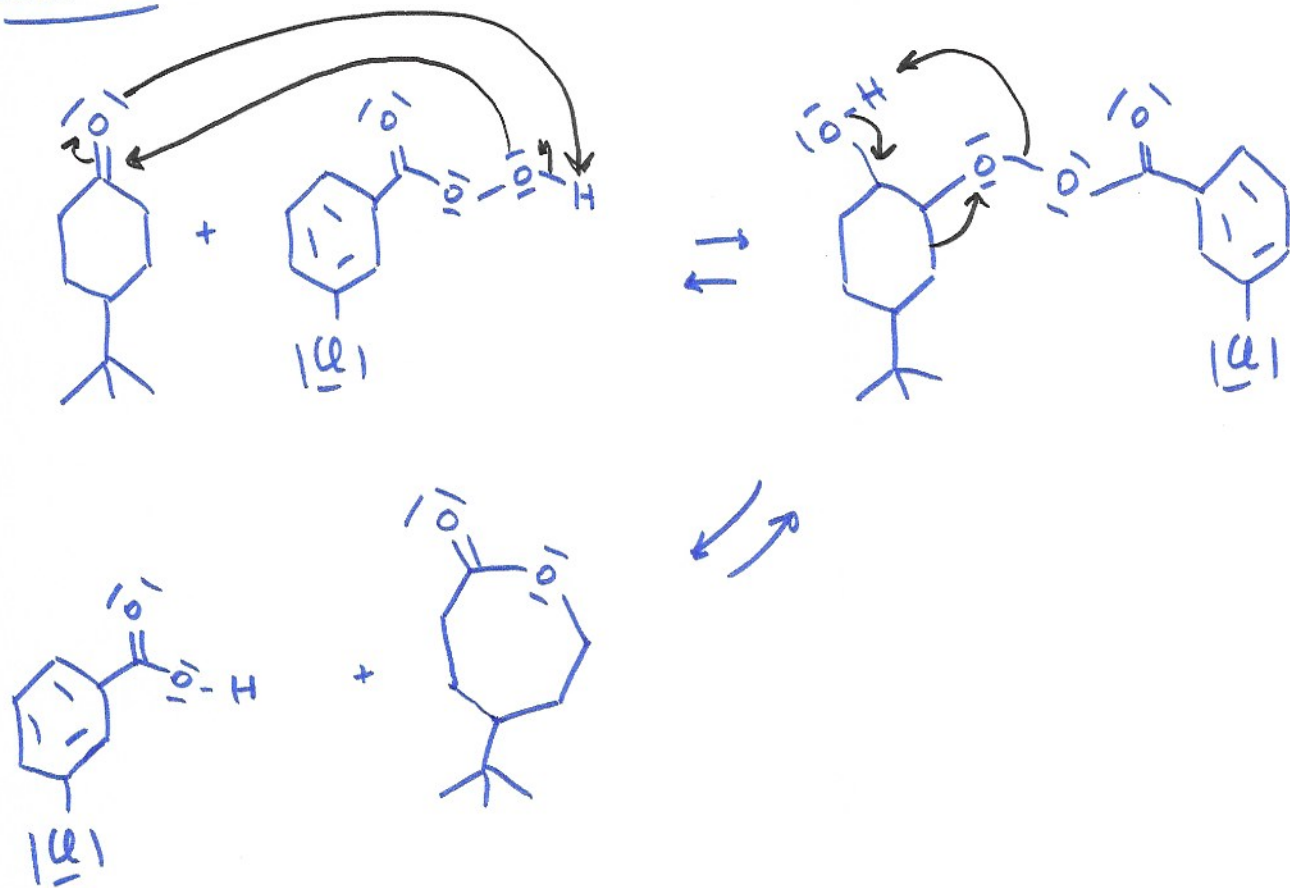
- lors de l'agitation du milieu réactionnel, triturer avec une spatule si nécessaire pour réunir le solide.
- penser à calculer la quantité de matière de bisulfite de sodium à ajouter pour être sûr de neutraliser tout le peroxyde.

Autres remarques :

Le substrat étant symétrique, on n'a pas de régiosélectivité particulière ici.

Classiquement on utilise le m.c.p.b.a pour former des époxydes sur des alcènes. Il s'agit d'un peroxyde qui ne doit pas être chauffé car explosif. C'est aussi un oxydant puissant qu'il faut tenir éloigné des matériaux combustibles.

Mécanisme :



Deux équivalents sont employés car on peut soupçonner une
de mépta
dégradation de cette espèce très réactive (hydratation etc...).