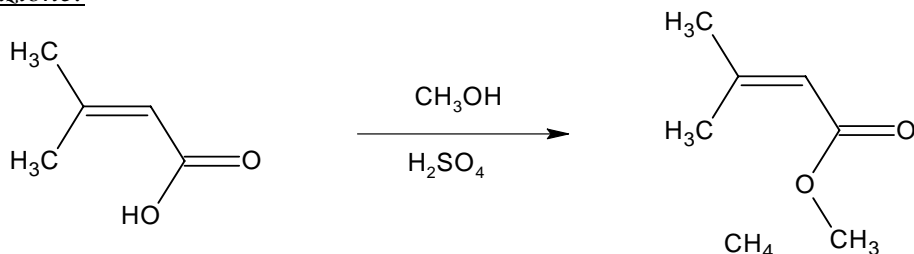


Sigla di reazione: SSV-5 Sintesi acido crisantemico

Sintesi del 3-metil-2-butenato di metile

Schema di reazione:



Reagente	PM [g/mol]	mmol	g	d [g/ml]	ml	R - S
$(CH_3)_2C=CHCOOH$	100,1	90,6	9,07			R34 S22-26-27-36/37/39-45
Metanolo assoluto	32,04	1232,8	39,5	0,79	50	R11-23/25 S7-16-24-45
H_2SO_4	98				3	R35 S26-30-36/37/39-45
MTBE	88,15				120	R11-19 S16-23
Acqua e ghiaccio					50	

Descrizione della reazione:

In un pallone da 100 ml si inseriscono 9,07 g di acido 3-metil-2-butenico e si versano 50 ml di metanolo assoluto e 3 ml di acido solforico concentrato mettendo tutto a riflusso per 2 ore la soluzione giallina che via via prende un colore ambrato.

Si fa quindi una TLC per verifica di avvenuta reazione.

Eluente: ETP/Acetato di etile 9:1

R_f acido: 0,32

R_f estere: 0,6

A questo punto si versa la soluzione ancora calda in 50 ml di acqua e ghiaccio e sulla fase acquosa vengono fatte 3 estrazioni con 40 ml di MTBE ciascuna.

Si lavano le fasi organiche riunite con acqua, una soluzione satura di $NaHCO_3$ ed una soluzione satura di $NaCl$, ottenendo sempre due fasi di cui interessa solo quella organica.

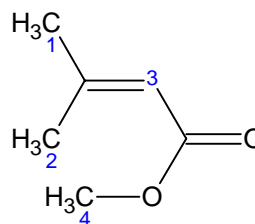
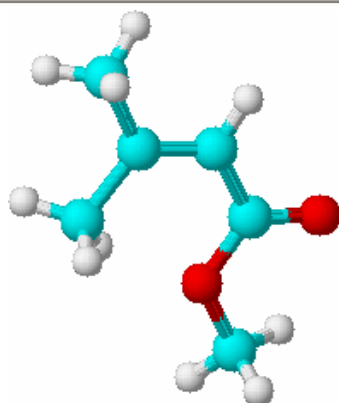
A questo punto si svapora il solvente al rotavapor avendo l'accortezza di dividere la soluzione in più porzioni e di non tenere un forte vuoto così da evitare la perdita di prodotto, che si presenta come un olio poco denso giallo-ambra.

Si registrano poi uno spettro IR ed un 1H NMR in $CDCl_3$.

Risultati:

Sono stati ottenuti 8,8813 g di estere pari a $\frac{8881,3 \text{ mg}}{114,1 \text{ mg/mmole}} = 77,84 \text{ mmole}$.

La resa si calcola rispetto all'acido 3-metil-2-butenico ed è $\frac{77,84 \text{ mmole}}{90,6 \text{ mmole}} \cdot 100 = 86\%$.



3-metil-2-buteniato di metile

R10 S16-29-33

Interpretazione spettri:

• Spettro IR

2949	Stretching CH dei CH ₃ allilici
1723	C=O estere α,β-insaturo
1662	Stretching C=C
1232	-C-CO-O
1151	

• Spettro ¹HNMR

1,8	CH ₃ (1)
2,1	CH ₃ (2)
3,6	OCH ₃ (4)
5,6	=C-H