

Réaction de Wittig

Synthèse d'un alcène

1) Mode opératoire

Avant de commencer la manipulation, on est prié de se renseigner sur les risques encourus lors de la manipulation des réactifs mis en jeu dans cette synthèse. Il serait également souhaitable que l'on fasse une évaluation du prix des produits utilisés

Peser 1,00 g de chlorure de p-carboxybenzyltriphenylphosphonium et l'introduire dans un erlen de 50 mL SVL avec un barreau aimanté. Ajouter 10 mL de formol à 36% et 5 mL d'eau. Agiter jusqu'à obtenir une émulsion fine.

Tout en agitant, ajouter goutte à goutte, à l'aide d'un compte-goutte, 3,5 mL de soude à 20%. L'addition terminée, boucher l'erlen et poursuivre l'agitation pendant 40 min. Un précipité blanc (P1) apparaît.

Filtrer et rincer à l'eau, sécher, peser et déterminer la température de fusion. Le filtrat est repris, acidifié par de l'acide chlorhydrique 6 M jusqu'à avoir un pH inférieur à 2 (contrôle au papier pH). Un nouveau précipité blanc (P2) se forme. Filtrer, sécher, peser, déterminer la température de fusion.

Les produits de synthèse sont placés dans les flacons étiquetés prévus à cet effet.

2) Exploitation du TP

- Donner la formule semi-développée du chlorure de p-carboxybenzyltriphenylphosphonium. À partir de quels réactifs peut-il être synthétisé ?
- Qu'est-ce que le formol ? Justifier la terminaison -ol. À quoi sert-il dans un laboratoire de biologie ? Rechercher dans un catalogue la densité de la solution commerciale de formol. En déduire la concentration molaire volumique de cette solution.
- La soude à 20% a une densité de 1,2. Calculer la concentration molaire volumique de cette solution.
- Déterminer les quantités de matière des trois réactifs utilisés. Commenter.
- Quelle est la nature de P1 ? Donner sa formule développée ; son nom. Mesurer sa température de fusion et comparer à la valeur tabulée.
- Pourquoi faut-il acidifier le filtrat ? Pourquoi un précipité apparaît-il au cours de l'acidification ? Quelle est la nature de ce précipité ? Donner sa formule, son nom et comparer la température de fusion mesurée à celle des tables.

- Calculer le rendement.
- Écrire le mécanisme de la réaction.
- Pourquoi a-t-on réalisé la réaction en milieu basique ?
- Justifier l'utilisation de la soude plutôt que d'une base plus forte telle un hydrure par exemple.
- Rechercher les spectres IR et RMN des réactifs et des produits ou de molécules apparentées. Interpréter ces spectres. Comment expliquez-vous qu'en RMN les hydrogènes benzyliques, proches du phosphore, donnent un doublet ?