



## Réaction de Wittig

# Synthèse du (E)-styrylfurane

Dans un ballon de 50 mL muni d'un réfrigérant, d'une ampoule à brome, d'un thermomètre et d'un barreau aimanté, on introduit 1,92 g (20 mmol) de 2-furaldéhyde fraîchement distillé.

**Attention :** avant de manipuler le furfural (ou furaldéhyde) on aura pris connaissance des risques inhérents à sa mise en œuvre.

Ajouter également 7,86 g de chlorure de benzyltriphenylphosphonium et 10 mL de dichlorométhane. Agiter vigoureusement.

On ajoute alors 10 mL de soude à 50% par l'intermédiaire de l'ampoule.

**Attention :** la manipulation de la soude concentrée est dangereuse pour les yeux. Le port de lunettes de protection est obligatoire, non seulement pour vous, mais pour votre entourage.

L'addition doit se faire lentement, le ballon étant plongé dans un bain d'eau froide. La température ne doit pas dépasser 50°C. Quand le dégagement de chaleur cesse, on chauffe 30 min au bain-marie à 50°C. On sépare alors la phase organique, on la lave avec 15 mL d'eau puis avec 25 mL d'une solution saturée en NaHSO<sub>3</sub>, puis à l'eau jusqu'à ce que l'eau de lavage ait un pH neutre. On sèche alors sur sulfate de sodium anhydre. On filtre, on rince avec un peu de dichlorométhane, on fait un prélèvement pour la chromatographie et on évapore le solvant.

Le résidu est traité par 20 mL d'un solvant apolaire (heptane, éther de pétrole) pour faire précipiter l'oxyde de triméthylphosphine. Il faut bien triturer le solide pour être sûr que l'équilibre est atteint. On filtre, on pèse le solide obtenu et on mesure sa température de fusion. On en dissout quelques grains pour réaliser une CCM.

Le filtrat est récupéré, passé à l'évaporateur rotatif pour obtenir le produit cherché.

Sécher, mesurer la température de fusion, déterminer le rendement. Réaliser une CCM (éluant : hexane)

- *Écrire le mécanisme de la réaction.*
- *Combien de produits peut-on obtenir a priori ?*
- *Risques et sécurités ?*
- *Propriétés physiques des produits et des réactifs ?*
- *À quoi les lavages de la phases organique servent-ils ?*