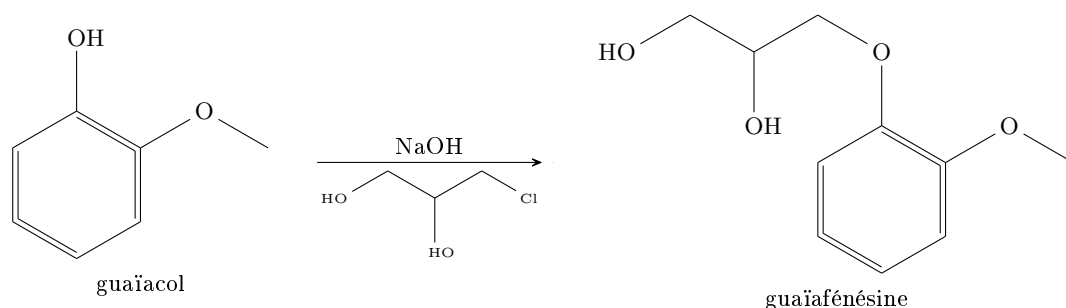


# SYNTHÈSE D'UN ÉTHER

## SYNTHÈSE DE WILLIAMSON

Un éther ( $R-O-R'$ ) peut se préparer par la réaction entre un alcoolate ( $R-O^-$ ) avec un halogénoalcane ( $R'-X$ ). Cette réaction de **substitution nucléophile** est appelée synthèse de WILLIAMSON. Ici, on synthétise la guaïafénésine, un médicament contre la toux, à partir du guaïacol.



### Produits chimiques :

- 2-méthoxyphénol (guaïacol) :  $C_7H_8O_2$  ;  $M = 124,13 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$  ;  $d = 1,13$  ;  $T_{fus} = 28^\circ\text{C}$ .
- 3-chloropropan-1,2-diol :  $C_3H_7ClO_2$  ;  $M = 110,54 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$  ;  $d = 1,32$
- Hydroxyde de sodium :  $NaOH$  ;  $M = 40,00 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ .
- Pentane, éthanoate d'éthyle, éthanol, tertibutylméthyléther.
- Solution d'hydroxyde de sodium à  $2,0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
- Solutions saturées de chlorure de sodium ( $NaCl$ ) et de chlorure d'ammonium ( $NH_4Cl$ ).
- Sulfate de sodium anhydre :  $Na_2SO_4$ .

### Manipulation :

1. Lancer le chauffage de l'eau.
2. Dans un erlenmeyer de 50 mL dissoudre 2,5 g de soude ( $NaOH$ ) dans 10 mL d'eau distillée.
3. Dans un ballon de 100 mL, dissoudre 2,75 mL de guaïacol dans 15 mL d'éthanol. Puis ajouter 5 mL de la solution de soude préparée précédemment.
4. Munir le ballon d'un réfrigérant, et chauffer le ballon au bain marie à  $100^\circ\text{C}$ .
5. Dans un erlenmeyer de 50 mL, dissoudre 2,5 mL de 3-chloropropan-1,2-diol dans 2,5 mL d'éthanol.
6. Après 10 minutes de chauffage, introduire (par le réfrigérant) la solution de 3-chloropropan-1,2-diol en plusieurs fois, et goutte à goutte.
7. Après 30 minutes de chauffage, laisser refroidir le mélange à température ambiante.
8. Réaliser une chromatographie sur couche mince (CCM) pour vérifier que la réaction a bien eu lieu. Éluant : mélange tertibutylméthyléther/éthanoate d'éthyle (50/50).

### Révéler la plaque sous UV en présence du professeur.

9. Ajouter 30 mL de solution saturée de  $NaCl$ .
10. Extraire la phase aqueuse avec  $3 \times 25 \text{ mL}$  de tertibutylméthyléther.
11. Laver la phase organique avec 25 mL d'une solution de soude à  $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ , puis avec 20 mL de solution saturée de  $NH_4Cl$ .
12. Sécher la phase organique obtenue sur  $Na_2SO_4$  anhydre, filtrer, et évaporer sous pression réduite. On obtient une huile jaune pâle.
13. Ajouter 30 mL de pentane et refroidir le mélange avec un bain de glace tout en agitant. Le produit doit précipiter.

14. Essorer sous vide sur un verre fritté.
15. Réaliser une recristallisation : dissoudre le produit dans quelques mL d'éthanoate d'éthyle chaud. Ajouter doucement du pentane jusqu'à ce que le milieu devienne trouble, et laisser refroidir.
16. Essorer sous vide sur un filtre Büchner.

**Questions :**

1. Un réactif est-il introduit en excès ? Si oui, lequel ?
2. Calculer le rendement de la réaction.
3. La réaction a-t-elle eu lieu ? Au cours d'une CCM, de quels paramètres dépend la valeur du rapport frontal ? Justifier la position relative des tâches observées sur la CCM.
4. D'après la CCM, La réaction est-elle totale ?
5. Pourquoi ne voit-on pas le 3-chloropropan-1,2-diol sur la CCM ?

**Analyse :**

1. Pourquoi utilise-t-on l'éthanol comme solvant de réaction ?
2. Quel est le rôle de l'ensemble des étapes 9 à 16 ?
3. Quel est le rôle de la solution saturée de NaCl ?
4. Pourquoi réalise-t-on trois extractions de la phase aqueuse avec  $3 \times 25$  mL de tertibutylméthyléther au lieu de ne faire qu'une seule extraction avec 75 mL de tertibutylméthyléther ?
5. À l'étape 11, quel est le rôle de la solution de soude ? Quel est le rôle de la solution saturée de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  ?
6. Le pentane est un solvant de quel type ? Pourquoi en ajoute-t-on aux étapes 13 et 15 ?