

Réduction de la nitroacétophénone

Annabelle Peyronnet

31 mai 2022

Manip possibles : CCM, extraction, lavages, IR, RMN, indice de réfraction

Biblio : Martinand Lurin - Grüber manip num.20 p.247

1 Protocole et théorie détaillée

Sécurité éthanol inflammable, éther diéthylique inflammable, ether de pétrole inflammable, cancérigène, nocif et mauvais pour environnement, dichlo cancérigène, NaBH_4 toxique par ingestion et contact, corrosif, pas d'eau!

Réaction Ballon monocol dans lequel on met 2,20 g de nitroacétophénone (1 eq.) dans 30 mL d'éthanol. On agite et on refroidit dans un bain eau glace. On ajoute par petite quantité 0,60 g de NaBH_4 (environ 1,2 eq.). Pour savoir quand la réaction est terminée, regarder les CCM (environ 20 min de réaction).

Suivi CCM On fait des CCM du brut avec un éluant dichlo, éther de pétrole 1 pour 1 sur plaque de silice pour vérifier si la réaction est finie ou non.

Hydrolyse extraction et lavages Quand réaction fine on ajoute 20 mL d'eau (doucelement on hydrolyse NaBH_4 , dégagement gazeux de H_2 se produit), on chauffe à reflux pour finir l'hydrolyse et on revient à température ambiante.

Dans une ampoule à décanter transvaser le brut et ajouter 30 mL d'éther diéthylique (devient solvant de la phase organique), et on extrait la phase aqueuse pour récupérer le produit avec 3 fois 15 mL d'éther diéthylique. On lave les phase orga avec NaCl : préséchage on enlève l'eau restante. Puis sécher phase orga avec sulfate de magnésium, filtrer sur coton et évaporer le solvant au rota vap. On doit obtenir une huile.

IR, RMN, indice réfraction Réaliser spectre IR et RMN. Mesurer indice de réfraction, indice tabulé : $n_D^{20} = 1,5621$

2 Questions typiques

Réaction

- Hydrolyse équation de réaction $\text{NaBH}_4 + 4 \text{H}_2\text{O}$ donne $\text{NaB}(\text{OH})_4$ (ion en phase aqueuse) + 4 H_2
- NaBH_4 en léger excès car : transfert du premier hydrure favorable, 2e rapide mais 3 et 4 impossible, donc il en faudrait théoriquement 0,5 mais on en met plus car on veut qu'il ne soit pas limitant car facile à éliminer par hydrolyse.
- Sélectivité NaBH_4 très chimiosélectif, réagit presque seulement avec aldéhyde et cétone, ne touche pas le nitro. Pour réduire le nitrosélectivement on peut utiliser du chlorure d'Etain SnCl_2 .