

Manipulation 394 : Acylation de Friedel-Crafts

Matériel et produit :

- Dichlorométhane
- AlCl_3
- Chlorure d'isobutanoyl
- Anisole
- Solution de NaOH à 2M
- Solution de NaHCO_3 saturée
- MgSO_4 anhydre
- Pentane et diéthyle éther

Protocole :

Dans un ballon tricol dans 100mL équipé d'un réfrigérant relié à des gardes (1vide, puis 1 rempli de soude à 2M), ajouter :

- 5mL de CH_2Cl_2 anhydre puis 2,2g de AlCl_3
- 1,9mL de chlorure d'isobutanoyl en 1min par l'ampoule de coulée

Dans un erlenmeyer de 25mL, ajouter : 1,63g d'anisole dans 3mL de CH_2Cl_2

Verser le contenu dans l'ampoule et l'ajouter en 5min

Porter à reflux pendant 10min

Prélever 0,1mL de brut réactionnel pour une CCM

Couper le chauffage et refroidir le mélange

Traitement :

- Verser le contenu du ballon dans un erlenmeyer de 250mL contenant 30mL d'eau glacé et 15mL de NaOH à 2M
- Séparer les phases
- Extraire la phase aqueuse avec 2x15mL de CH_2Cl_2
- Laver la phase organique avec 15mL de NaHCO_3 saturée
- Sécher sur MgSO_4 anhydre
- Evaporer le solvant dans un ballon taré

$m_{\text{produit}} =$

Caractérisation :

- ◆ CCM :

Dans un pilulier, ajouter : 1mL de NH_4Cl et 1mL de Et_2O et le prélèvement du brut réactionnel

Faire une CCM avec un dépôt d'anisole, un dépôt du brut et un co-dépôt.

Eluant : pentane/ Et_2O : 9/1

- ◆ Indice de réfraction ($n_D =$ à $^\circ\text{C}$)
- ◆ IR, RMN, CPV ($T_{\text{inj}} = T_{\text{det}} = 170^\circ\text{C}$, $T_{\text{four}} = 150^\circ\text{C}$, colonne apolaire)