

Manipulation 40 : Réduction sélective de la nitroacétophénone

Matériel et produits :

- Méta-nitroacétophénone
- Etain en copeaux
- Solution aqueuse d'acide chlorhydrique à 40%
- Solution aqueuse de soude à 40%
- NaBH_4
- Diéthyle éther
- Solution aqueuse de NaCl saturée
- Sulfate de sodium anhydre

Protocole :

Réduction du groupement nitro :

Dans un tricol de 100mL, ajouter :

- 2g de méta-nitroacétophénone
- 4g d'étain en copeaux
- 40mL d'acide chlorhydrique à 10% (11mL de HCl concentré dans 29mL d'eau)

Porter le mélange à reflux pendant 1h30

Filtrer le solide sur papier plissé

Ajouter 25mL d'une solution à 40% de soude au filtrat sous agitation

Filtrer le solide et laver à l'eau froide

Recristalliser le produit dans un minimum d'eau

Filtrer à chaud les impuretés insolubles

Refroidir le filtrat

Essorer le solide et laver à l'eau froide

Réduction du groupement carbonyle :

Dans un tricol de 100mL, dissoudre 2,2g de méta-nitroacétophénone dans 30mL d'éthanol absolu

Refroidir dans un bain d'eau glacée

Ajouter (0,6g) de NaBH_4 et agiter pendant 20min

Ajouter 20mL et chauffer à reflux pendant 10min

Refroidir le mélange

Extraire la phase aqueuse par 2x30mL de diéthyle éther

Laver la phase organique par 20mL de NaCl saturée

Sécher sur sulfate de sodium anhydre et évaporer le solvant dans un ballon taré

Caractérisations :

Réduction du groupement nitro :

IR, RMN, T_{fus} (théorique = 98°C)

Réduction du groupement carbonyle :

CCM (éluant : CH_2Cl_2 /éther de pétrole : 1/1)

IR, RMN, n_D (théorique = 1,561 à 20°C)