

Acylation de Friedel-Crafts

Manon LECONTE - ENS de Lyon

Dernière mise à jour : 23 avril 2020

Mots-clé : substitution électrophile aromatique, acylation de Friedel-Crafts, activation électrophile.

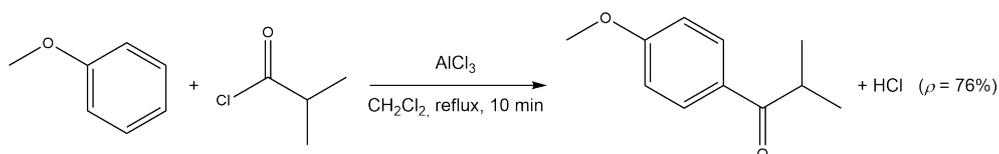
Niveau : L3

Biblio : Drouin, *Manipulations commentées de chimie organique* (n° 55).

Durée : 1h30

Phases de manipulations :

- indice de réfraction ;
- CCM ;
- extraction liquide-liquide.



Objectifs – Aménagement fonctionnel d'un aromatique, catalysé par AlCl_3 .

Produits	M [g/mol]	<i>d</i>	stoech	Précautions/sécurité
Anisole	108,14	0,995	1	Inflammable.
AlCl_3 anhydre	133,34	-	1,1	Brûlures.
Chlorure d'isobutyryle	106,55	1,07	1,2	Inflammable, brûlures.
CH_2Cl_2	-	1,325	solv	CMR
NaOH	40,00	-	-	Brûlures
$\text{NH}_4\text{Cl}_{\text{aq}}$ saturée	-	-	-	-
Ether diéthylique	-	0,714	-	Inflammable, nocif si ingestion.

Protocole

Réaliser le montage détaillé figure 1.

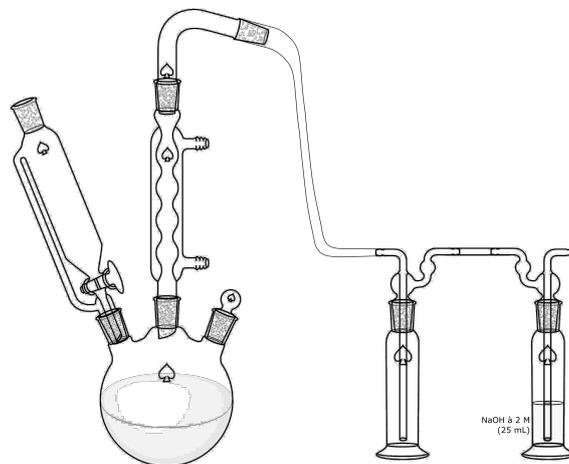


Figure 1 – Schéma du montage.

Dans le ballon, verser 5 mL de dichlorométhane et 2,20 g d' AlCl_3 .

Verser goutte-à-goutte pendant 1 min via l'ampoule de coulée 1,90 mL de chlorure d'isobutyryle. Puis, ajouter goutte-à-goutte pendant 5 min 1,65 mL d'anisole dans 3 mL de dichlorométhane. Rincer l'ampoule de coulée avec 5 mL de dichlorométhane.

Chauffer au reflux pendant 10 min.

Refroidir dans un bain d'eau glacée.

Dans un pilulier, verser 1 mL de $\text{NH}_4\text{Cl}_{\text{aq}}$ saturée, 1 mL d'éther et 0,1 mL du milieu réactionnel. Réaliser une CCM dans un mélange pentane-éther (90-10). Révéler aux UV (254 nm).

Acidifier le milieu réactionnel, dans un bain eau-glace, avec 15 mL de HCl_{conc} et 30 mL de glace. Vérifier au papier pH que le milieu n'est plus basique.

Effectuer l'extraction liquide-liquide :

- Extraire la phase aqueuse avec 15 mL de CH_2Cl_2
- Laver la phase organique avec 2 fois 10 mL d'eau, 10 mL de NaOH à 10%, 10 mL d'eau et 15 mL de NaCl_{sat} .

Sécher sur Na_2SO_4 anhydre. Rincer avec 2 fois 3 mL de dichlorométhane et évaporer.

⇒ Masse de produit obtenue : 3,6592 g

Rendement : 137%

Elimination des déchets

Jeter le milieu réactionnel au bidon à solvants organiques.

Neutraliser tout le montage (réfrigérant et tuyaux) avec NaOH à 2 M, puis laver à grandes eaux dans l'évier.

Caractérisations

Indice de réfraction

Indice de réfraction tabulé : $n_D^{20} = 1,5363$.

Indice de réfraction mesuré : $n_D^{20} = 1,5105$.

CCM

Eluant : pentane-éther (90-10)

Révélation : UV 254 nm

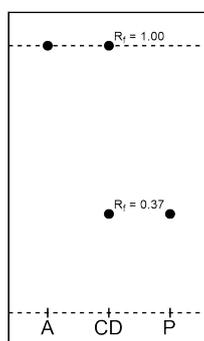
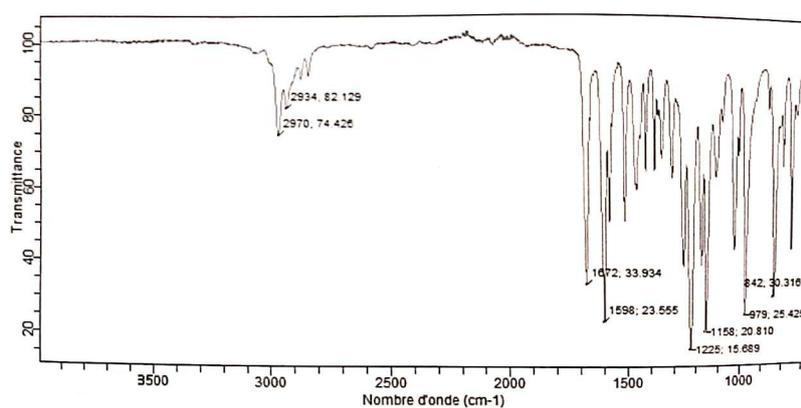


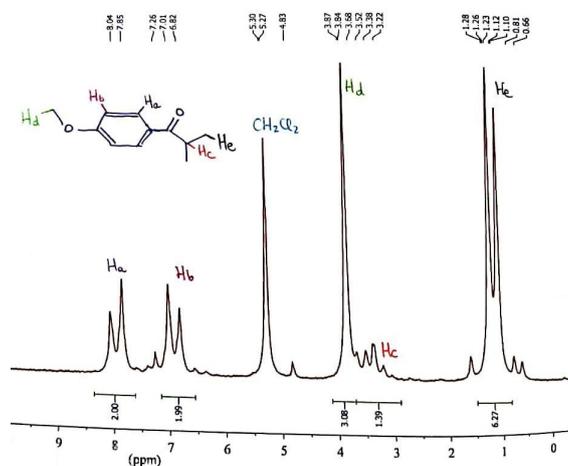
Figure 2 – CCM.

A : anisole ; CD : co-dépôt ; P : milieu réactionnel.

Spectre IR

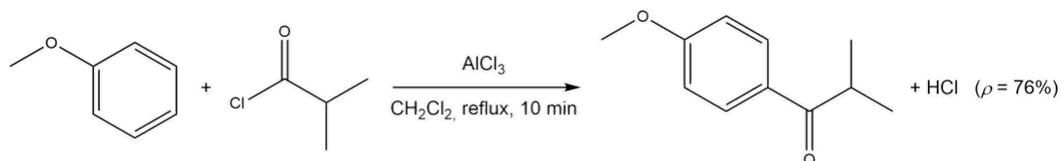


Spectre RMN



Fiche récap

Acylation de Friedel-Crafts



Objectif : Aménagement fonctionnel sur un aromatique, catalysé par AlCl₃

Données : $n_D^{20} = 1,5363$

Résultats obtenus : $n_D^{20} = 1,5105$