

Protocole Acylation de Friedels-Craft

Matériel :

- Décaliné, soude à 2M, BBT
- AlCl_3
- Chlorure d'isobutanoyl, anisole
- Dichlorométhane
- Pentane, éther diéthylique.
- Solution saturée de chlorure d'ammonium
- HCl 6 M, soude 2 M, solution saturée carbonate de potassium
- Sulfate de sodium anhydre

Bibliographie : *BUP 925* p.671

Synthèse

- Dans un tricol de 100 mL muni d'une ampoule de coulée à retour isobare et réfrigérant relié à 3 fioles de garde une vide, celle d'après contenant de la décaléine et l'autre contenant 25 mL d'une solution de soude à 2 M avec quelques gouttes de BBT.
- Dans le tricol introduire 5 mL de dichlorométhane puis 2.2g de AlCl_3 (rapidement et refermer le montage)
- Placer dans l'ampoule de coulée le chlorure d'isobutanoyl (1.90 mL) et ajouter goutte à goutte dans le ballon.
- Dans un erlenmeyer de 25 mL peser 1.63 g d'anisole et y ajouter 3mL de dichlorométhane. Homogénéiser et introduire dans l'ampoule de coulée. Chauffer à reflux pendant 10 mn.
- Arrêter le chauffage et refroidir dans un bain de glace.
- Faire une CCM dans l'éluant pentane/éther (90 :10) en déposant les réactifs (dilués dans un peu d'éluant) le brut réactionnel et le co-dépôt. **Attention** pour le brut réactionnel ne pas le déposer tel quel mais effectuer un mini-traitement dans un pilulier avec 1 mL d'une solution saturée de chlorure d'ammonium et une solution d'éther diéthylique.

Lavage et extraction

- Dans un erlenmeyer de 250 mL placer 15 mL d'acide chlorhydrique (mettre le tout dans un bain de glace). Vers le contenu du ballon dans cet erlenmeyer et rincer le ballon avec 10 mL de dichlorométhane.
- Verser le tout dans une ampoule à décanter, agiter, décanter, récupérer la phase organique.
- Extraire la phase aqueuse 2 fois avec 15 mL de dichlorométhane.
- Rassembler les phases organiques et les laver 2 fois avec 10 mL d'eau puis avec 20 mL d'une solution de soude à 2M. Enfin avec 20 mL d'une solution saturée de carbonate de potassium.
- Séchage sur sulfate de sodium anhydre, filtrer sur coton pour récupérer le filtrat dans un ballon **taré**, rincer le sulfate de sodium avec du dichlorométhane.
- Evaporer le solvant sous pression réduite dans un ballon **taré** et déterminer la masse de produit obtenu $m =$

Caractérisations

- Faire les spectres IR et RMN-¹H des réactifs (pas le chlorure d'acyle) et du produit.
- Conserver les CCM effectuées précédemment
- Mesurer l'indice de réfraction