

# Sur les 4-chloro-2nitro et 4-chloro-2-aminophénols

Autor(en): **Mottier, Marcel**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Archives des sciences physiques et naturelles**

Band (Jahr): **16 (1934)**

PDF erstellt am: **21.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-741472>

## **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

## **Haftungsausschluss**

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

SUR

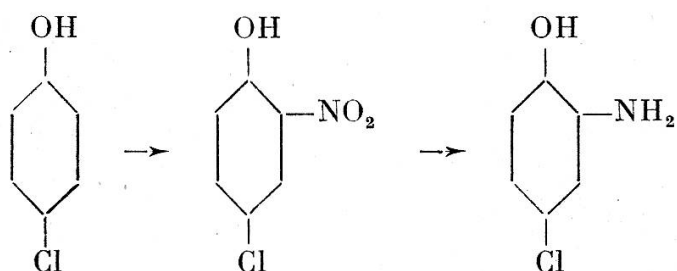
les 4-chloro-2-nitro et 4-chloro-2-aminophénols

PAR

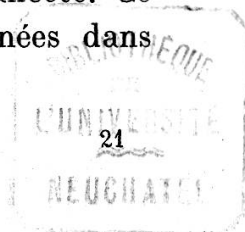
**Marcel MOTTIER**

INTRODUCTION.

Ayant eu à préparer le 4-chloro-2-aminophénol, j'ai suivi les indications de Faust et Saame: nitration du p-chlorophénol, puis réduction du dérivé nitré:



J'ai constaté que leur mode opératoire pouvait être simplifié, notamment en ce qui concerne la purification du 4-chloro-2-nitrophenol. La durée de la nitration peut, de plus, être réduite de moitié sans que le rendement en soit affecté. Ce sont ces observations qui sont brièvement consignées dans la partie expérimentale de cette note.



## PARTIE EXPÉRIMENTALE.

1° Nitration du *p*-chlorophénol.

Nitration N°	1	2	3
<i>p</i> -chlorophénol . . .	75 gr	350 gr	75 gr
Eau . . . . .	1125 cm <sup>3</sup>	5250 cm <sup>3</sup>	1125 cm <sup>3</sup>
Acide nitrique ( <i>d</i> =1,4)	750 cm <sup>3</sup>	3500 cm <sup>3</sup>	750 cm <sup>3</sup>
Durée . . . . .	96 h.	96 h.	48 h.
Chloronitrophénol brut	85 gr	400 gr	87 gr
Rendement en produit brut (% de la théorie)	83,9%	84,6%	85,9%

Le chlorophénol fondu a été introduit lentement dans la solution nitrique, de manière à éviter une élévation de la température.

Toutes les nitrations ont été effectuées à la température ordinaire, la solution étant continuellement agitée.

La nitration terminée, le chloronitrophénol a été filtré sur Büchner, lavé à l'eau, essoré à fond et séché sur assiette poreuse. Il fondait généralement de 70° à 86°. Une seule recristallisation<sup>1</sup> dans de l'alcool ordinaire a suffi pour l'obtenir pur (532 gr de produit brut ont fourni ainsi 438 gr de chloronitrophénol pur, de P.F. 86-87°, soit un rendement total de 65% de la théorie en dérivé nitré).

La purification décrite par Faust et Saame (passage par le sel sodique) a donc pu être évitée. Quant à la durée de la nitration, elle a pu être réduite de moitié sans inconvénient. Elle pourrait certainement être beaucoup plus fortement abaissée par l'emploi d'une méthode de nitration plus rapide.

## 2° Réduction du 4-chloro-2-nitrophénol.

Par l'étain et l'acide chlorhydrique. Température = environ 80°.

Le chloronitrophénol fondu et rassemblé au fond du ballon

<sup>1</sup> Il est nécessaire d'agiter la solution pendant la recristallisation afin d'éviter la formation d'un cake.

se dissout graduellement. Lorsqu'il a complètement passé en solution, on chauffe encore quelque temps en présence d'une nouvelle quantité d'étain. La solution est alors filtrée pour éliminer un peu d'étain non dissous et des résines, puis est concentrée, filtrée à nouveau et saturée à froid par un courant de gaz chlorhydrique. Le chlorhydrate précipité est filtré sur Büchner, essoré à fond, puis dissous dans de l'eau. Cette solution, après traitement par le noir animal, est neutralisée à la température ordinaire par du carbonate de sodium. La base libre, filtrée sur Büchner et lavée par un peu d'eau, est recristallisée dans de l'eau bouillante (noir animal). Le rendement de la réduction, en produit pur, a été de 53,6% de la théorie (438 gr de dérivé nitré ayant fourni au total 197 gr de chloraminophénol).

Le 4-chloro-2-aminophénol cristallise en petites paillettes blanches de P.F. 137,5°-138,5°, dont l'analyse a donné les chiffres suivants:

3,323 mg ont donné 0,275 cm <sup>3</sup> N, 21°, 764 mm.
12,359 mg ont donné 12,300 mg AgCl.
Calculé pour C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> ONCl      N 9,8% ; Cl 24,7%.
Trouvé                              N 9,7% ; Cl 24,6%.

#### BIBLIOGRAPHIE

##### 1° Nitration du *p*-chlorophénol.

- BEILSTEIN, VI, 238, Ergänzungsband, VI, 122.  
FAUST et SAAME, A. Suppl., VII, 193.  
TAKAGI et TANAKA, C. (1926), I, 182.  
PLAZEK, C. (1931), I, 1428.  
VARMA et SHARMA, C. (1931), I, 3457.

##### 2° Réduction du 4-chloro-2-nitrophénol.

- BEILSTEIN, XIII, 383, Ergänzungsband, XIII, 118.  
FAUST et SAAME, A. Suppl., VII, 193.  
KORCZYNSKI, *Bull. Soc.*, 33 (1923), 1827.  
I. G. FARBENINDUSTRIE A. G., Brevet français 621.434, C. (1927), II, 976.  
KIPRIANOW et MICHAJLENKO, C. (1931), II, 426.

*Imperial College, Londres.*