Zeitschrift: Archives des sciences physiques et naturelles

Herausgeber: Société de Physique et d'Histoire Naturelle de Genève

Band: 16 (1934)

Artikel: Sur les 4-chloro-2nitro et 4-chloro-2-aminophénols

Autor: Mottier, Marcel

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-741472

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 28.11.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

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-nitrophénol. 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 bièvement consignées dans la partie expérimentale de cette note.

Archives. Vol. 16. — Novembre-Décembre 1934.

PARTIE EXPÉRIMENTALE.

1º Nitration	au	p-chlo	rop	nenol	١.
--------------	----	--------	-----	-------	----

Nitration Nº	1	2	3
p-chlorophénol	75 gr	350 gr	75 gr
Eau	$1125~\mathrm{cm}^3$	5250 cm ³	1125 cm ³
Acide nitrique $(d=1,4)$	$750 \mathrm{cm^3}$	$3500 \; {\rm cm^3}$	750 cm ³
Durée	96 h.	96 h.	48 h.
Chloronitrophénol brut	$85~\mathrm{gr}$	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 ¹ 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.

2º 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

¹ 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 cm³ N, 21°, 764 mm. 12,359 mg ont donné 12,300 mg AgCl.

Calculé pour C₆H₆ONCl N 9,8%; Cl 24,7%.

Trouvé N 9.7%; Cl 24,6%.

BIBLIOGRAPHIE

1º 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.

2º Réduction du 4-chloro-2-nitrophénol.

Beilstein, XIII, 383, Ergängzungsband, 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.