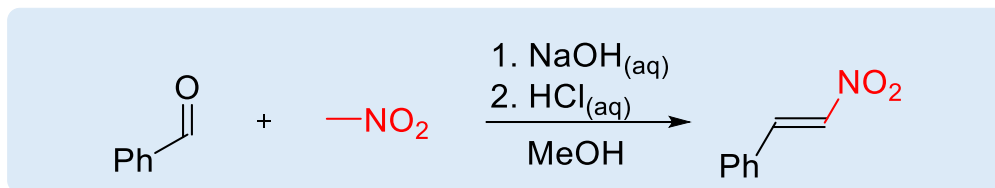


β -Nitrostyren

Odczynniki

Benzaldehyd	4,1 mL	(40 mmol; 1 ekw.)
Nitrometan	2,2 mL	(40 mmol; 1 ekw.)
Wodorotlenek sodu	1,7 g	(42,5 mmol; 1,065 ekw.)
Kwas solny (4M)	20 mL	
Metanol	8 mL	

Procedura

W kolbie trójszyjnej o pojemności 100 mL zaopatrzonej we wkraplacz oraz termometr rozpuszcza się benzaldehyd (4,1 mL) i nitrometan (2,2 mL) w metanolu (8 mL). Roztwór ochładza się do temperatury -10°C w łaźni zawierającej lód oraz chlorek sodu. Intensywnie mieszając wkrapla się zimny roztwór wodorotlenku sodu (1,7 g) w wodzie (4 mL) utrzymując temperaturę mieszaniny reakcyjnej w zakresie $10-15^\circ\text{C}$. Po zakończeniu wkraplania mieszaninę zawierającą biały osad pozostawia się na dodatkowe 15 min., a następnie dodaje zimną wodę (30 mL) i ochładza do 5°C . Ochłodzoną mieszaninę wlewa się ostrożnie do 4M roztworu kwasu solnego (20 mL). Po ok. 10 min. dekantuje się ciecz z nad żółtego osadu, a pozostałość odsącza pod zmniejszonym ciśnieniem i przemywa zimną wodą. Osad przenosi się do zlewki, którą zanurza się w gorącej wodzie, w wyniku czego tworzą się dwie warstwy. Po ostudzeniu dekantuje się ciecz z nad zestalonej warstwy organicznej. Surowy produkt rozpuszcza się w gorącym etanolu i przesącza pod zmniejszonym ciśnieniem. Przesącz studzi się, a następnie odsącza żółte kryształki β -nitrostyrenu.

W razie potrzeby dodaj do mieszaniny kawałki lodu, aby szybko ją schłodzić.

Przemyj lejek gorącym etanolem, aby ograniczyć krystalizację w czasie sączenia.

Wydajność: 60%

Postać: Żółte kryształy

Temperatura topnienia: $56-58^\circ\text{C}$

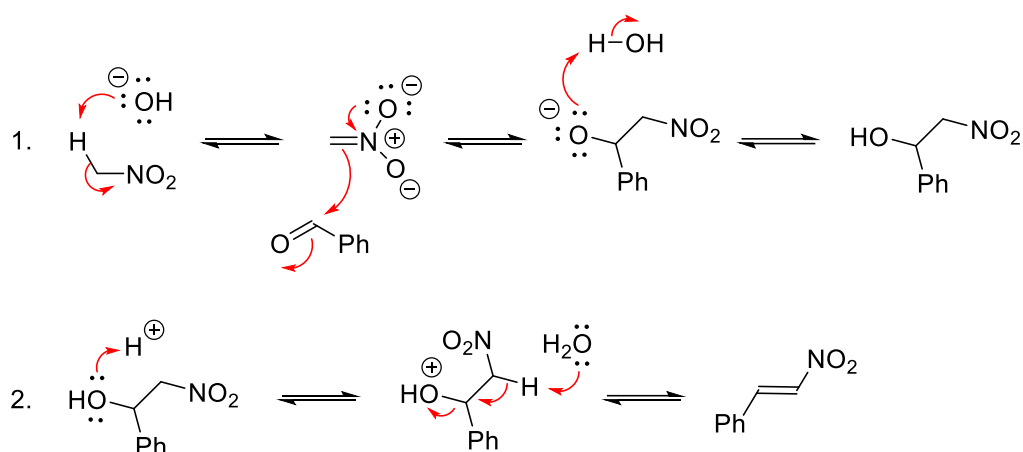
$^1\text{H NMR}$ (400 MHz, CDCl_3) δ : 8,01 (dd, $J = 13,7, 1,8$ Hz, 1H); 7,59 (dd, $J = 13,7, 1,1$ Hz, 1H); 7,54 – 7,57 (m, 2H); 7,49 – 7,52 (m, 1H); 7,44 – 7,48 (m, 2H).

IR (film, cm^{-1}) ν : 3332, 2953, 2917, 2850, 1736, 1694, 1595, 1457, 1376, 1262, 1044, 1020, 890, 875, 807, 770, 742.

Piktogramy określające rodzaj zagrożenia na etykietach związków chemicznych

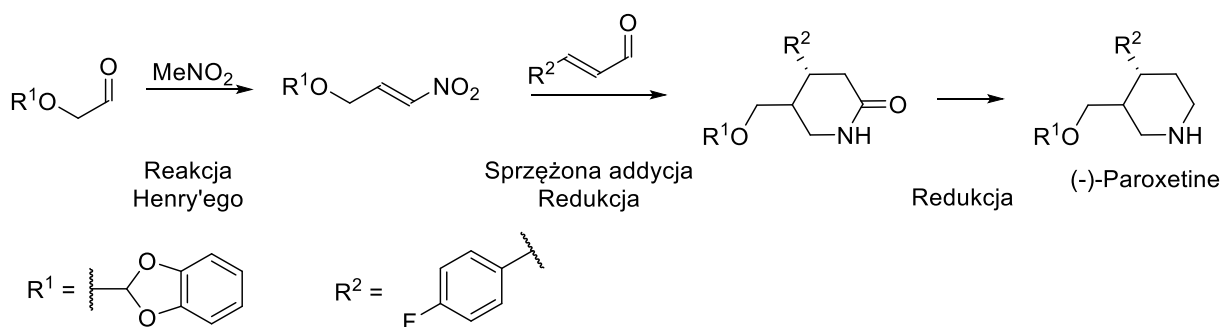
Benzaldehyd	
Nitrometan	  
Metanol	  
Etanol	 
Wodorotlenek sodu	
Kwas solny	 
β-Nitrostyren	

Mechanizm reakcji



Informacje dodatkowe

Grupa nitrowa przyłączona bezpośrednio do wiązania podwójnego znacząco obniża gęstość elektronową tego układu w pozycji β , co czyni nitroolefiny bardzo reaktywnymi elektorfilami. Dzięki temu mogą one łatwo uczestniczyć w reakcjach addycji nukleofilowej, zwłaszcza w reakcjach Michaela. Grupę nitrową można następnie przekształcić w inne grupy funkcyjne np. w grupę karboksylową w wyniku reakcji Nefa lub w grupę aminową stosując odpowiedni odczynnik redukujący. Szeroki potencjał transformacyjny czyni z nitroolefin przystępny blok budulcowy w syntezie rozmaitych związków organicznych. Przykładem może być synteza Paroksetyny, w której wykorzystano sekwencję reakcji Henry'ego, sprzężoną 1,4-addycję do nitroolefiny i redukcję grupy nitrowej do aminowej, czemu towarzyszy utworzenie pierścienia laktamu.



Literatura

1. N. A. White, K. E. Ozboya, D. M. Flanigan, T. Rovis *Asian J. Org. Chem.* **2014**, 3, 442 – 444.

Widmo ^1H NMR

