
Nitration du toluène

Biblio : M. Blanchard, p135

Thèmes de montage :

- MC1 : Synthèse en chimie moléculaire
- MC2 : Activations moléculaires en chimie
- MC3 : Séparations

Caractérisations : CPV, IR

Phases manipulatoires : lancement de la réaction, CPV, extraction, lavage, séchage

1 Introduction

L'objectif est d'étudier la régiosélectivité d'une substitution électrophile aromatique. L'équation de la réaction est celle en figure 1 ci-dessous.

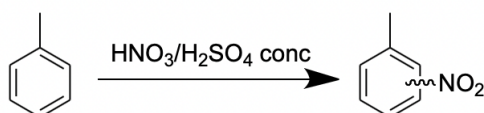


FIGURE 1 – Equation de réaction de la nitration du toluène.

2 Mécanisme

Il faut d'abord préparer l'électrophile : NO_2^+ l'ion nitronium. Le méthyle est ortho et para orienteur d'après les règles d'Holleman car il est activant et on peut écrire les intermédiaires de Wheland pour le prouver. Il n'y a pas formation de trinitrotoluène (TNT, explosif) car NO_2 est désactivant, il est méta orienteur mais ces positions sont déjà prises.

3 Protocole

Composés	M (g/mol)	mol	eq	d	Tfus (°C)	Teb (°C)
toluène	92.14			0.867	-95	110.6
acide nitrique	63.01			1,51	-	83
acide sulfurique	98.08			1.83	-	337

TABLE 1 – Données sur les composés chimiques.

- préparation de 10mL de la solution nitrante : 7,5mL d'acide nitrique et 2,5mL d'acide sulfurique et placer 1mL de cette solution dans un erlenmeyer et ajouter 10 gouttes de toluène en agitant (gants en nitrile!!!!).
- agiter pendant 10min (chauffage possible à 40°C) (une coloration peut apparaitre)
- verser la solution dans 25mL d'eau distillée. /item extraire la phase aqueuse avec 20mL d'ether, laver la phase organique deux fois avec 10mL de carbonate de sodium (dégagement gazeux de CO_2 donc verser la phase aqueuse dans un erlen, sous agitation, tenu par une noix et ajouter la solution de carbonate de sodium, reverser dans l'ampoule), sécher sur sulfate de magnésium anhydre et filtrer.

4 Caractérisations

- CPV : 2 pics pour l'ortho et le para, 2 fois plus d'ortho car 2 positions ortho

5 Questions

- D'où vient le changement de couleur jaune→incolore lors de l'extraction ? Qu'est-ce qu'il y a dans chaque phase ? Densité du nitrotoluène ? Intérêt du lavage à l'hydrogénocarbonate de sodium ?
- Pourquoi faire un mélange d'acides ? Signification des pKa négatifs ?
- Quand utiliser des gants en latex/nitrile ? *gants latex : solution aqueuse, nitrile : solvant organique*
- Principe du sulfate de magnésium anhydre. Est-ce qu'il peut être remplacé par un autre produit ? *sulfate de sodium anhydre*
- Quel autre produit peut-on avoir ? *TNT mais pas ici car NO₂ désactivant, produit explosif*
- Comment sait-on que la réaction est finie ? *Faire une CCM*
- CPV : Choix du facteur de dilution. Pourquoi autant diluer ? Type de chromatographie ? Comment ça fonctionne ? Quel est le type de détecteur ? *ionisation de flamme (FID) : mesure de la quantité d'une forme, autre détecteur : le catharomètre qui est non destructeur*, Qu'est-ce qu'il détecte ? Comment le choisir ? Comment choisir la température du four ? Quels paramètres peuvent être modifiés pour optimiser la séparation ? Qu'est-ce qu'une bonne séparation ? ($R > 1,5$) Quels sont les paramètres de la machine ? de la colonne ? Quel est le rôle de l'injecteur ? injecteur split, A quoi correspondent ses différents paramètres ? Justifier l'allure des pics. Qu'obtiendrait-on avec une colonne polaire ? Quel est le prix d'une CPV ? *15k€*, Pourquoi le pic de l'éther est dédoublé ? *ajout en 2 temps donc dédoublement*, parler des plateaux : + il y en a, meilleure et la séparation ; + débit
- A quel niveau faire cette manip ? Dans quel contexte ? Dans quel cadre ?