

Manipulation 220 : Nitration du toluène

Matériel et produits :

- Solution de H_2SO_4 à 96%
- Solution de HNO_3 à 66%
- Toluène
- Et_2O
- Solution de Na_2CO_3 à $C = 0,2\text{M}$
- Solution saturée de NaHCO_3
- MgSO_4 anhydre

Protocole :

Dans un erlenmeyer de 25mL, ajouter :

- 2,5mL de H_2SO_4 (96-98%)
- 7,5mL de HNO_3 (66%)

Ajouter environ 3mL de cette solution dans un ballon de 10mL

Ajouter goutte-à-goutte 1mL de toluène dans la solution

Agiter 10min

Verser le contenu du ballon dans 25mL d'eau

Extraire la phase organique avec 2x10mL de Et_2O

Verser avec précaution la phase organique dans un erlenmeyer contenant une solution de Na_2CO_3 à $C = 0,2\text{M}$

Séparer les phases, et contrôler le pH de la phase aqueuse. Si $\text{pH} < 6$, refaire le traitement basique

Laver la phase organique avec une solution saturée de NaHCO_3

Sécher la phase organique avec MgSO_4 anhydre

Filtrer sur coton dans un ballon taré

Evaporer le produit sous pression réduite

m =

Caractérisation :

CPV : $T_{\text{inj}} = T_{\text{det}} = 210^\circ\text{C}$

$T_{\text{four}} = 120^\circ\text{C}$

P = 0,7 - 0,8 bar

Faire la mesure par CPV du brut de réaction diluer dans Et_2O

Préparer les piluliers suivant en mesurant environ exactement les masses :

	1	2	3	4	5
m ortho-nitrotoluène (mg)	25	50	50	50	75
M para-nitrotoluène (mg)	50	75	50	25	50

Diluer chaque pilulier avec 10mL d' Et_2O et injecter en CPV

Mesurer les air de chaque pic

Injecter l'échantillon 5 à différentes pression et température de four