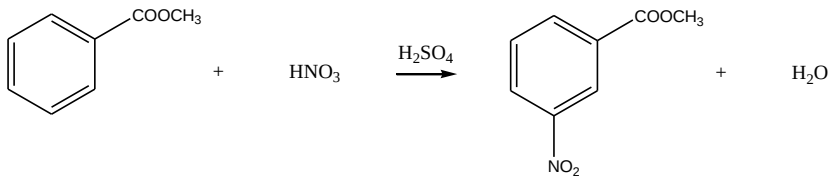
Séquence 3
CH6 Synthèses organiques

Fiches liées à cette séquence :
- Fiche de synthèse Séquence 3
- Fiche Recristallisation
- Fiche Point de fusion

ACTIVITÉ 3 : Synthèse du métanitrobenzoate de méthyle

La nitration d'un noyau aromatique est une réaction de substitution électrophile couramment utilisée pour fixer un atome d'azote sur un cycle benzénique. Le groupement nitro NO_2 est ensuite réduit en groupement amino NH_2 : on forme ainsi un dérivé de l'aniline, précurseur de colorants diazoïque.

L'ion nitronium NO_2^+ est un cation électrophile produit par un mélange d'acide nitrique et d'acide sulfurique. Il substitue un ion H^+ sur le cycle benzénique.



I. Mode opératoire

- Dans un ballon tricol équipé d'un agitateur magnétique, d'un réfrigérant et d'une ampoule de coulée, introduire 20 mL d'acide sulfurique concentré et refroidir dans la glace.
- Ajouter 10 mL de benzoate de méthyle et refroidir à nouveau.
- Par ailleurs, refroidir dans la glace un mélange de 16 mL d'acide sulfurique concentré et 16 mL d'acide nitrique concentré.
- Introduire le mélange sulfonitrique dans le ballon, en plusieurs fractions et en agitant, toujours dans la glace.
- Sortir ensuite le ballon de la glace et attendre environ 15 minutes en agitant.
- Verser le contenu du ballon sur environ 100 g de glace pilée.
- Filtrer et laver les cristaux obtenus avec de l'eau glacée, avec une solution d'hydrogénocarbonate de sodium, puis de nouveau avec de l'eau glacée.
- Essorer soigneusement le solide puis le sécher sur papier.
- Recristalliser le produit brut dans le méthanol.
- Sécher sur papier puis à l'étuve puis peser le produit recristallisé.
- Mesurer son point de fusion.

II. Questions

1. L'ion nitronium NO_2^+ est-il nucléophile ou électrophile ?
2. La réaction étudiée est-elle une élimination, une substitution ou une addition ?
3. Quel est le rôle de l'acide sulfurique ?
4. Pourquoi lave-t-on le solide brut avec une solution d'hydrogénocarbonate de sodium ?
5. Quel est le principe de la recristallisation dans le méthanol ?
6. Quelles impuretés élimine-t-on ?
7. Le produit synthétisé est-il pur ? Argumentez votre réponse à partir de vos résultats expérimentaux.