

# **Laboratoire 6**

## **Nitration régiosélective de l'acétanilide**

### **Par:**

Jamie-Lyn Buisson, 300064694

Et

Samiyah Khodabocus, 300071027

### **TA:**

Malik

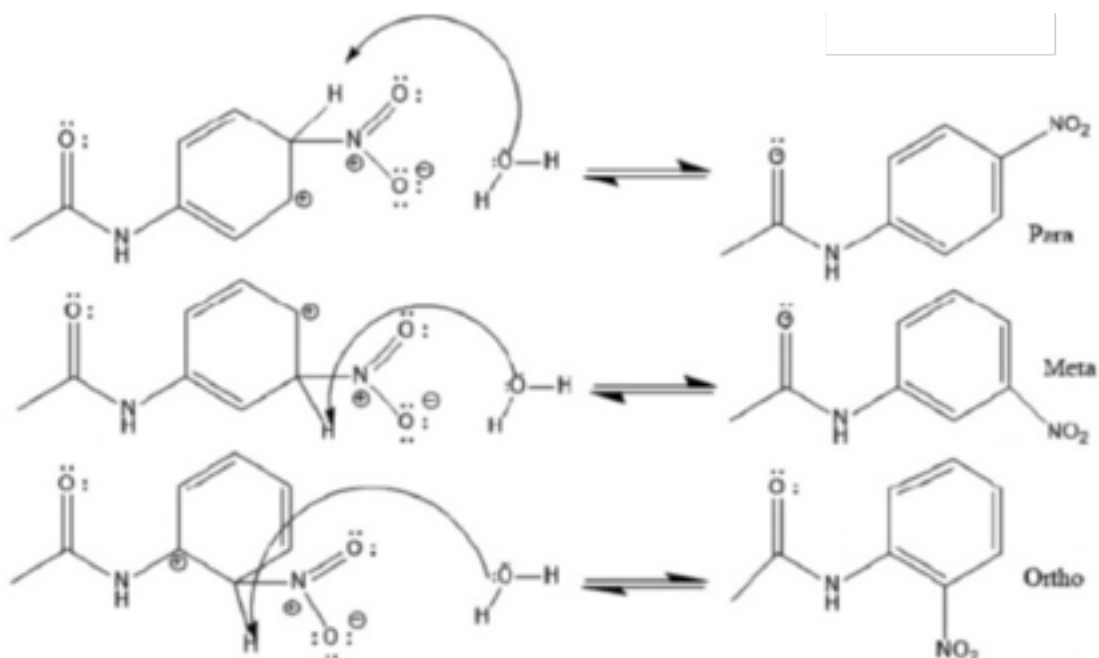
mdied099@uottawa.ca

**Date:** Jeudi 4 avril 2019

## Table de matière

<b>Mécanisme</b>	<b>3</b>
<b>Protocol</b>	<b>3</b>
<b>Observation</b>	<b>3</b>
<b>Tableau des réactifs</b>	<b>4</b>
<b>Résultats</b>	<b>4</b>
<b>CCM</b>	<b>4</b>
<b>Calcul</b>	<b>8</b>
Pourcentage de rendement	8
Image J	9
<b>Discussion</b>	<b>10</b>
<b>Questions</b>	<b>11</b>
<b>Donnée signé</b>	<b>14</b>

# Mécanisme



# Protocol

Voir le manuel de laboratoire de l'expérience 6 à la page 6 et 7

# Observation

- L'acide nitrique et l'acide sulfurique est une substance liquide de couleur transparente
- L'acétanilide est un solide blanc granuleux
- Quand on ajoute la solution de l'acide avec l'acétanilide, il se produit un liquide de couleur brun, vert foncé
- Lors de l'ajout de la glace et l'eau avec notre solution d'acide et acétanilide il se produit une couleur jaune orange instantané et on peut voir que ça se solidifie un peu
- Notre premier produit brut est un solide de couleur jaune

→ Après la recristallisation on a obtenue un solide jaune pâle

## Tableau des réactifs

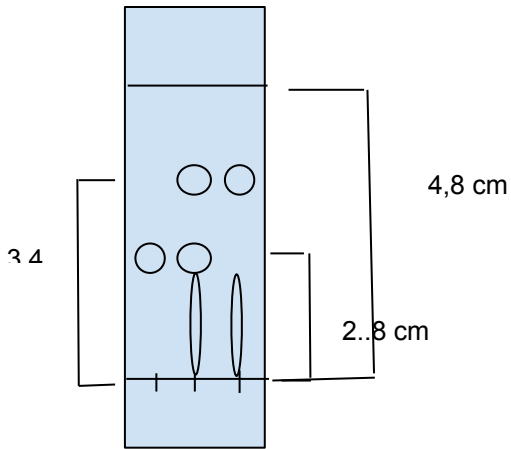
Réactif	Montant	Masse molaire	Densité
Acétanilide	1 g	137.17	1.22
Acide nitrique	0.6 ml	63.01	1.52
Acide sulfurique	0.8 ml	98.08	1.84

## Résultats

Produit	Montant	Masse molaire	Densité	Nombre de moles
nitroacétanilide	0.58 g	180.16	1.34	0.003

## CCM

CCM 1 : Vérification que la réaction est terminé



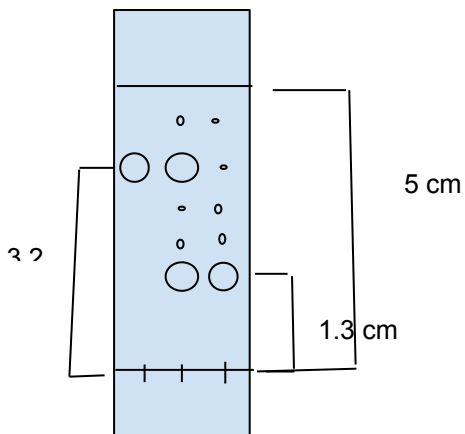
**Légende**

R =  
Référence  
C = Point

Calcul RF

$$RF1 = 3.4 / 4.8 = 0.71$$

CCM 2: Produit brut avec la référence



**Légende**

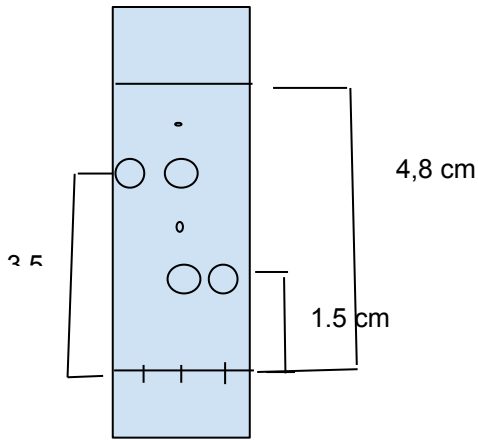
R =  
Référence  
C = Point

Calcul de RF

$$RF1 = 3.2 / 5 = 0.64$$

$$RF2 = 1.3 / 5 = 0.26$$

CCM 3: Le produit brut avec la référence ortho



**Légende**

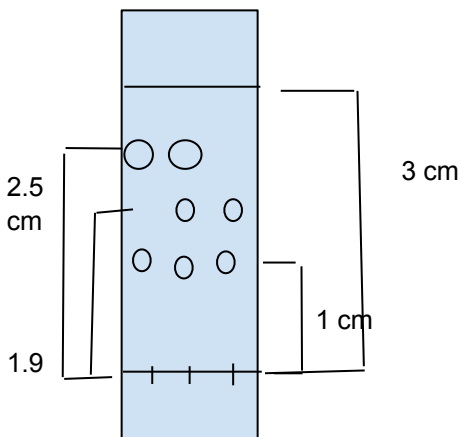
O = Ortho  
C = Point combiné

Calcul de RF

$$RF1 = 3.5 / 4.8 = 0.73$$

$$RF2 = 1.5 / 4.8 = 0.31$$

CCM 4 : Le produit brut avec la référence méta



**Légende**

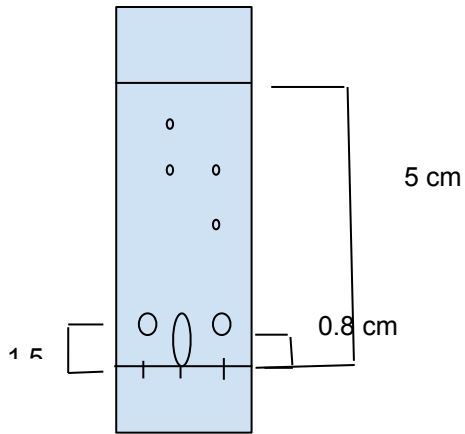
M = Méta  
C = Point combiné

Calcul de RF

$$RF1 = 2.5 / 3 = 0.83$$

$$RF2 = 1.9 / 3 = 0.63$$

CCM 5: Le produit brut avec la référence para



**Légende**

Pa = Para

C = Point

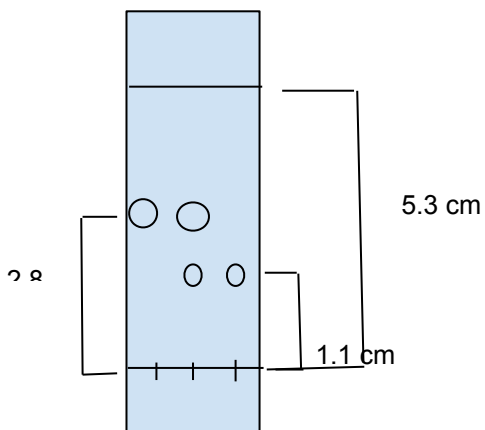
combiné

Calcul de RF

$$RF1 = 1.5 / 5 = 0.3$$

$$RF2 = 0.8 / 5 = 0.16$$

CCM 6 : Produit purifié avec la référence



**Légende**

R =

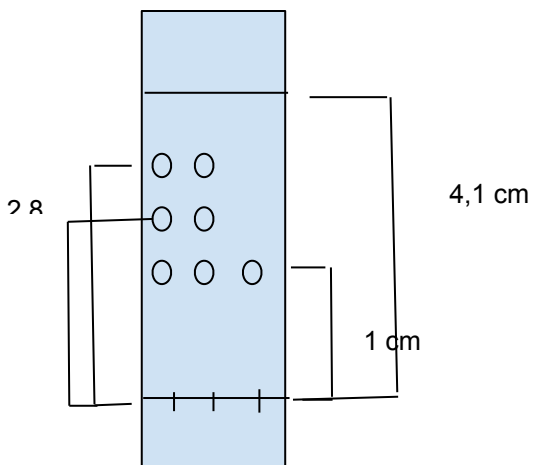
Référence

C = Point

Calcul de RF

$$RF1 = 2.8 / 5.3 = 0.53$$

CCM 7 : Produit purifié avec le produit brut



### Légende

P = produit  
brut

C = Point

Calcul de RF

$$\text{RF1} = 2.8 / 4.1 = 0.68$$

## Calcul

### Pourcentage de rendement

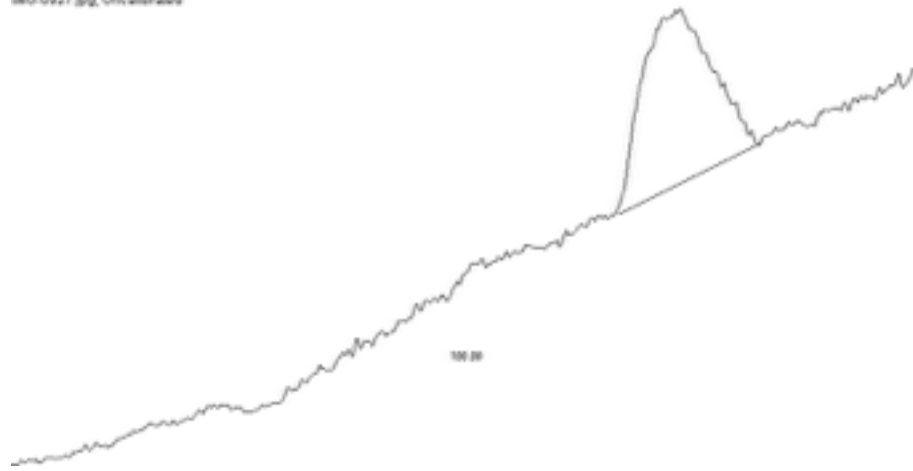
$$\begin{aligned} \text{Rendement théorique} &= (\# \text{ de moles initial de acétanilide})(\text{masse molaire du produit}) \\ &= (0.007 \text{ mol})(180.16 \text{ g/mol}) \\ &= 1.26 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Pourcentage de rendement} &= (\text{Masse du produit final})/(\text{masse du produit initial}) \times 100\% \\ &= (0.58 \text{ g} / 1.26 \text{ g}) \times 100\% \\ &= 46.03\% \end{aligned}$$

# Image J

Para:

860-0927.jpg, Uncalibrated



Meta:



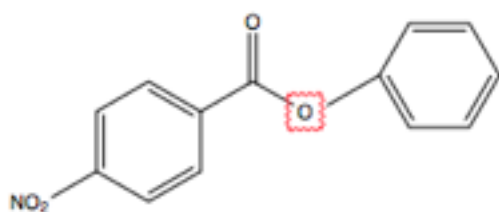
## Discussion

Lors de ce laboratoire nous avons fait la nitration de l'acétanilide à l'aide de l'acide nitrique et l'acide sulfurique et un électrophile qui est un ion de nitronium chargé donné par l'acide sulfurique. Afin d'établir cette réaction nous avons utiliser l'acid nitrique comme une base qui réagit sur le benzène puisque c'est l'acide le plus faible. Par la suite nous avons déterminer laquelle des 3 isomère sont favorisé qui est l'isomère para. Nous avons observé ceci à l'aide des plaque CCM qui a démontrer que para a été favorisée puisque il y a le plus de cohésion avec les point retrouver sur la plaque. Nous avons versé notre produit sur de la glace afin de neutraliser l'acide en excès puis on a récupéré le produit obtenue à l'aide la filtration. Par la suite nous avons fait une recristallisation du produit pour obtenir un produit purifier. Pour faire ceci nous avons établit une ébullition de l'éthanol avec notre produit. Puisque l'isomère para est insoluble comparer au isomère ortho et méta, elle est donc retrouver dans notre produit finale obtenue. Afin d'isoler le produit de l'éthanol nous avons fait une filtration par gravité et succion. Afin de vérifier notre produit final, nous avons fait une plaque CCM qui démontre que le produit final est plus purifier comparer au produit brut. Nous avons obtenue une masse de 0.58g de notre produit final avec un rendement de 43 %. Ceci démontre que nous avons perdu du produit durant une des étapes de l'expérience. On aura pu perdu du produit lorsque nous avons pris une petite quantité du produit brut pour l'analyser ou quand on doit fair enlever tout le produit du papier filtre ou de l'erenmeyer. Cependant on peut conclure que la plupart du produit contient une plus

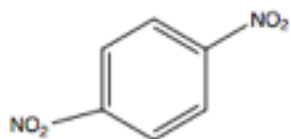
grande ratio de para que ortho. Afin d'améliorer notre rendement on doit trouver une façon de récupérer tout le produit rester coller au bord de l'erlenmeyer et sur le papier filtre.

## Questions

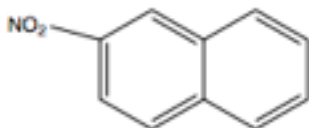
1. L'ajout d'un second groupement nitro dans la réaction est beaucoup plus lent que la première nitration de l'acétanilide parce que l'acétanilide est le réactif limitant .
- 2.



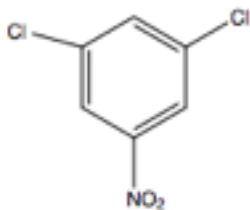
a.



b.



c.



d.

3. La réaction en haut présente un halogénéation d'alcène cyclique dont une bromation qui n'est pas une réaction aromatique. La réaction en dessous présente une réaction d'halogénéation aromatique du benzène.

4.

a. Le réactif limitant est le benzène

b. % de rendement = (rendement experimental / rendement theorique) x 100%

$$= ( 1000 / 1230 ) \times 100\%$$

$$= 81.3\%$$

c. Le méta-dinitrobenzène est le sous produit à point d'ébullition le plus élevé

d. Le H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> permet de transformer l'acide nitrique en nitronium

e. Masse molaire : 168,12 g/mol

$$N = m/MM$$

$$= 250 \text{ g} / 168.12 \text{ g/mol}$$

$$= 1.487 \text{ mol}$$

% de rendement = (rendement experimental / rendement theorique) x 100%

$$= ( 1.487 \text{ mol} / 10 - 8.13 \text{ mol} )$$

$$= 79.25 \%$$

5. Le furane agit comme électrophile. Il ya substitution du nitrate sur le carbone 2 de la double liaison. Ceci forme 3 structure de résonances. Puis elle se stabilise et forme le produit de 1-nitrofurane.

Donnée signé

LAB6: Nitration régiosélective de l'acétanilide

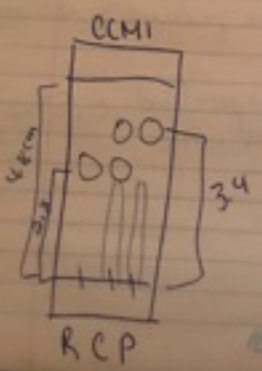
- 6. [A] = H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>  
[B] = HNO<sub>3</sub>  
[C] = H<sub>2</sub>O
- 7. 5ml acid sulfurique
- 8. 0,015 mol nitronium  
0,6ml acid nitrique  
0,8ml acid sulfurique

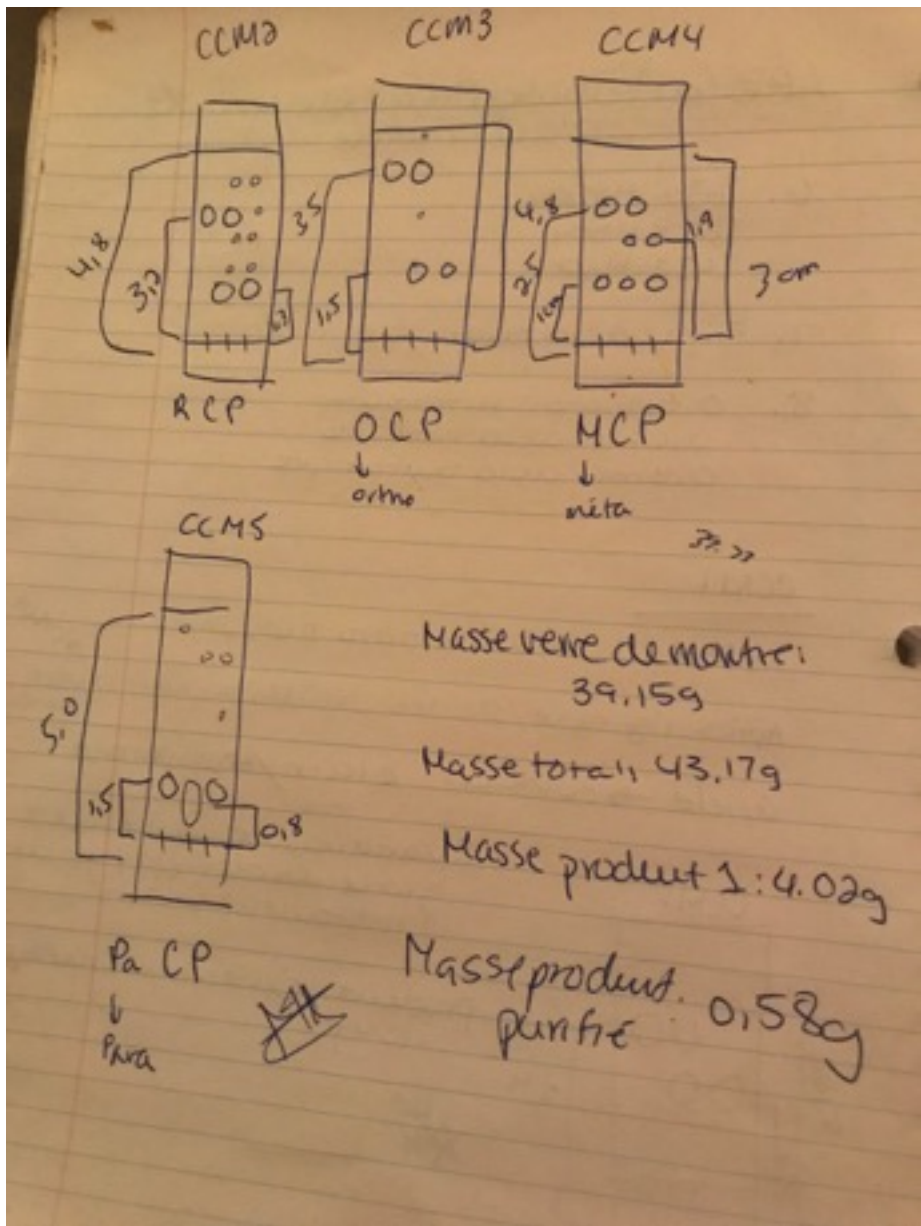
CCM

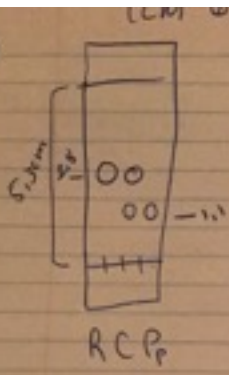
Référence → 2,4-dinitro acétanilide  
Après l'ajout de les acides couleur → vert foncé  
acide → couleur clair/transparent

avant ajout à l'eau +  
glace → devient jaune  
instantanément

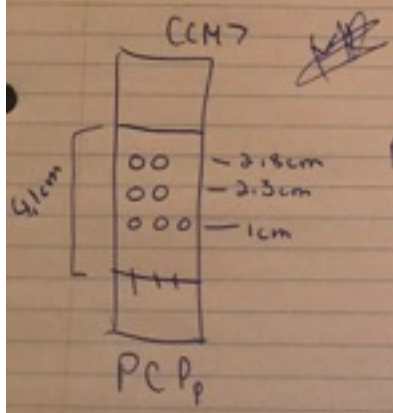
produit cristallise orange  
rouge







P<sub>p</sub> → produit purifié



Produit brut  
+  
produit purifié