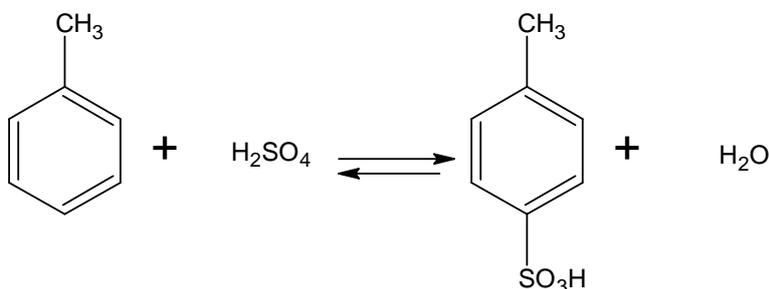


Sulfonation : synthèse de l'acide paratoluène sulfonique



Mode opératoire et questions :

lunettes strictement obligatoires

- Dans un ballon de 100 cm³, introduire:
34,5 cm³ de toluène;
24 cm³ d'acide sulfurique concentré.

Prévoir un dispositif pour obtenir une ébullition régulière : billes en verre ou pierre ponce si le chauffe-ballon ne permet pas l'agitation, une olive aimantée s'il peut agiter...

- Surmonter d'un réfrigérant et porter à reflux pendant 30 minutes. (c'est vraiment un minimum, si on peut, on poussera à 1 h)
Régler la chauffe de manière à obtenir un reflux goutte à goutte (2 gouttes par seconde maximum) du toluène.

Q1 : Calculer les quantités de matière mise en jeu en toluène et en acide sulfurique

Q2 : Calculer la masse théorique du produit final.

- Refroidir vers 70°C.
- Verser le mélange réactionnel avec précaution dans un bécher de 500 cm³ contenant 110 cm³ d'eau froide.
- Si il y a présence de deux phases, éliminer le toluène par décantation.

Q3 : comment repère-t-on où se trouve le toluène ?

- Ajouter avec précaution et par petites fractions, 33 g de carbonate de sodium anhydre. **Faire très attention aux débordements que risque d'entraîner le dégagement gazeux qui, logiquement, se produit. (voir question ci-dessous)**

➤

Q4 : Quel est le rôle du carbonate de sodium ? Ecrire l'équation de réaction se produisant .

- Ajouter 41 g de chlorure de sodium. **A l'aide d'une plaque chauffante (et agitante), chauffer le contenu du bécher aux alentours de l'ébullition jusqu'à dissolution du chlorure de sodium (éventuellement rajouter un peu d'eau).**

Q5 : Quel est le rôle du chlorure de sodium ?

- Refroidir dans la glace.
- Filtrer sur büchner, essorer, laver avec 15 cm³ d'une solution saturée de chlorure de sodium. **(en principe on essore en dernier, après les lavages, non ? Il y a une raison particulière ?)**

Si vous avez le temps procédez à une recristallisation.

Attention, cette recristallisation n'est pas des plus simples :

- mise en solution du produit dans 100 mL de solution de NaCl + traitement à chaud au noir de carbone (une spatulée de noir de C, agitation 5 min à une température proche de l'ébullition) + filtration à chaud + refroidissement du filtrat (recristallisation), filtration sur büchner, essorage, séchage.

- On peut enchaîner avec une recristallisation dans l'éthanol. (avec filtration à chaud si on s'aperçoit qu'il y a encore du NaCl non dissous)

Q6 : Justifier le choix des solvants de recristallisation proposés précédemment.

Séchage du solide obtenu (dit "brut" si l'on n'a pas recristallisé et "pur" si on a recristallisé) :

sécher soigneusement le produit sur une grande feuille de papier filtre.
(GANTS OBLIGATOIRES)

Cette opération de séchage sera complétée par un séchage à l'étuve jusqu'à masse constante. (si on a le temps)

Si on est pressé, on peut feinter :

- Peser le produit après séchage sur papier ;
- en prélever une petite portion qui est, elle aussi, pesée ;
- La placer, finement divisée, à l'étuve ;
- la sécher jusqu'à masse constante ;
- en déduire la masse que l'on aurait obtenue si l'on avait placé à l'étuve tout le solide disponible.

Et si on est très pressé... on pèse directement notre produit après la phase de séchage sur papier filtre.

A la suite de ces opérations, on est en mesure d'annoncer une masse de produit obtenu. On peut donc répondre à la question qui suit :

Q7 : Calculer le rendement de la synthèse.

- Analyser le produit en prenant son point de fusion sur banc Kofler (on analysera le produit brut ou pur selon qu'on ait, ou non, eu le temps de procéder aux opérations de recristallisation)

Q8 : Quelle est la température de fusion ? Comparer avec la température de fusion attendue. Ce résultat perturbe-t-il la valeur du rendement précédemment calculée ?

➤ Test :

Dissoudre un peu de produit dans un tube à essai 1 avec de l'eau.

Dissoudre un peu de dodécyl sulfonate de sodium dans la même quantité d'eau dans un tube à essai 2.

Ajouter un peu de toluène dans la même quantité d'eau dans un tube à essai 3.

Agiter les trois tubes. Observation ?

Q9 : Comparer la structure des trois molécules et expliquer.

Données :

Acide sulfurique concentré :

Pourcentage massique en H_2SO_4 = cela dépend des bouteilles dans chaque lycée...

Densité = **Idem**

Masse molaire de H_2SO_4 = $98 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$

Toluène :

Densité = **0,867**

Masse molaire = **$92,1 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$**

T_{fus} = **-95°C**

$T_{\text{éb}}$ = **$110,6^\circ\text{C}$**

Solubilités :

Infinie dans l'éthanol ;

$0,53 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ dans l'eau.

Sécurité :

R : 11/38/48/20/63/65/67

S : 2/36/37/62

Acide paratoluènesulfonique :

Masse molaire : $172,2 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$

T_{fus} = 106°C

pK_A = -7 (couple $\text{C}_7\text{H}_8\text{O}_3\text{S}/\text{C}_7\text{H}_7\text{O}_3\text{S}^-$)

solubilités :

$750 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ dans l'eau ;

très peu soluble dans une solution **saturée** d'eau salée ($\text{Na}^+_{(\text{aq})} + \text{Cl}^-_{(\text{aq})}$)

assez soluble dans l'éthanol chaud, peu soluble dans l'éthanol froid.

Sécurité :

R : 36/37/38

S : 2/26/37

Carbonate de sodium : $\text{CaCO}_3(\text{s})$

Couples acide/ base : $\text{CO}_2/\text{HCO}_3^-$ ($\text{pK}_{A1} = 6,4$) $\text{HCO}_3^-/\text{CO}_3^{2-}$ ($\text{pK}_{A2} = 10,6$)

Matière d'œuvre :

Toluène : 500 mL

Acide sulfurique concentré 500 mL

Carbonate de sodium anhydre 400 g

Chlorure de sodium : 500 g

Ethanol : 500mL