

## Synthèse d'un colorant azoïque : le rouge-para

Le réactif de départ est la 4-nitroaniline ("paranitroaniline"). On synthétise dans un premier temps l'ion 4-nitrophényldiazonium qui constitue un bon électrophile vis à vis du  $\beta$ -naphтол. l'accrochage de ces deux entités (on dit officiellement "copulation diazoïque") permet la formation du rouge-para.

### Manipulation

1<sup>ère</sup> étape : préparation du sel de diazonium.

- Dans un bécher de 250 mL, verser 25 mL d'une solution d'acide sulfurique à 2 mol.L<sup>-1</sup>.
- Ajouter à cette solution 1 g de 4-nitroaniline. agiter quelques minutes pour aider à la dissolution.
- Refroidir à une température voisine de 5°C dans un bain de glace et de sel.
- Dans un bécher de 100 mL, dissoudre 0,5 g de nitrite de sodium dans 10 mL d'eau.
- Sous agitation, ajouter cette solution à la précédente de façon à ce que la température reste basse (**attention, c'est assez délicat, ne pas dépasser 10 °C**). On obtient la solution A, laisser reposer 5 min.

2<sup>ème</sup> étape : préparation de la solution basique de  $\beta$ -naphтол.

- Dans un bécher de 250 mL, mettre à chauffer 50 mL d'eau déminéralisée.
- Ajouter 1,5 g de  $\beta$ -naphтол dans cette eau chaude (autour de 80 °C !), puis, goutte à goutte, une solution de soude à 2,5 mol.L<sup>-1</sup> jusqu'à dissolution complète.
- Refroidir et laisser reposer 5 minutes. On obtient la solution B

*A partir de maintenant, pensez bien à une chose, c'est vous qui nettoyez à l'issue de la séance...*

3<sup>ème</sup> étape : copulation diazoïque et activités diverses.

D'abord :

- Filtrer la solution A.
- En prélever 5 mL et les verser dans un verre de montre 1. Y ajouter 15 mL d'eau froide.
- Prélever 5 mL de la solution B et les verser dans un verre de montre 2.
- tremper des échantillons de tissus dans le verre de montre 1, les sécher sur papier filtre puis, les tremper dans le verre de montre 2... Dingue, non ?

Rincer à l'eau et sécher les morceaux de tissus dans du papier filtre.

Ensuite :

- Mélanger les solutions A et B restantes.
- Filtrer sur büchner en lavant à l'eau.
- Récupérer le solide et le sécher sur papier filtre puis à l'étuve.
- Après ... un certain temps... (au moins une demi-heure conviendrait) déterminer la masse de produit et sa température de fusion.

Enfin :

- Introduire un des échantillons de coton teinté dans 20 mL d'éthanol.
- laisser tremper quelques minutes.
- Récupérer la solution et enregistrer la courbe  $A = f(\lambda)$  au spectrophotomètre.

Question : rendement