

SUDAN YELLOW

Nous allons aujourd'hui synthétiser une molécule colorée, c'est à dire une molécule dont la structure est telle qu'elle absorbe de la lumière visible. Ainsi, la lumière non absorbée (donc transmise ou diffusée) ne contient plus toutes les radiations du spectre visible et nous apparaît colorée.

En chimie organique le nombre de structures à l'origine d'une telle propriété est assez restreint. La première séance aura été utile pour s'en convaincre.

Nous avons, dans un premier temps, décidé de réaliser la synthèse d'un colorant très célèbre, le jaune du soudan I, de la famille des azoïques.

Préparation du phénylazo- β -naphthol...

ou 2-hydroxynaphtalène-1-azobenzène...

ou jaune du soudan...

Principe : A partir d'aniline (aminobenzène) on réalise une diazotation pour synthétiser l'ion phényldiazonium. Cet ion se fixe ensuite sur une molécule de β -naphthol pour former le colorant.

I - Diazotation de l'aniline

- Mélanger dans un erlenmeyer de 250 mL 12 cm³ d'acide chlorhydrique concentré et 12 cm³ d'eau distillée. *Cette opération se fera sous la hotte et vous rejoindrez votre paillasse avec l'erlenmeyer bouché.*

- Ajouter 3,7 cm³ d'aniline (*noter qu'il y a dissolution et expliquer pourquoi il y a dissolution*). *Le prélèvement de l'aniline se fera à l'aide d'une burette graduée installée sur la paillasse du professeur.*

- Refroidir le mélange jusqu'à une température proche de 0°C à l'aide d'un bain réfrigérant {eau + glace + sel}. *L'ensemble, installé sur un agitateur magnétique est équipé d'un barreau aimanté et d'un thermomètre.*

- Dans un deuxième erlenmeyer dissoudre 3,0 g de nitrite de sodium dans 15 cm³ d'eau distillée.

- Refroidir dans les mêmes conditions que pour le premier mélange, l'agitation se faisant manuellement, sans jamais lâcher, pendant que le premier erlenmeyer continue d'être agité magnétiquement.

- Verser lentement et en agitant la solution de nitrite dans celle d'aniline en maintenant obligatoirement la température en dessous de 5 °C. **ATTENTION : OPÉRATION DÉLICATE QUI PEUT DURER LONGTEMPS, CE CRITÈRE DE TEMPÉRATURE DOIT ÊTRE RESPECTÉ.**

(la solution de phényldiazonium est maintenue à moins de 5°C en attendant la suite)

Si l'addition prend trop de temps, un des membres du binôme s'en va démarrer l'étape suivante.

II - Copulation β -naphtol / ion phényldiazonium

- Mélanger 6 g de β -naphtol dans 35 cm³ d'une solution de soude à 100 g.L⁻¹ dans un bécher de 250 mL. Le β -naphtol passe difficilement en solution mais il n'est pas nécessaire d'attendre la dissolution complète. ***La solution de soude est corrosive, il est impératif d'être très soigneux lors du prélèvement des 35 cm³.***

- refroidir la solution à moins de 5°C.

- Ajouter 20 g de glace pilée (oui, vous avez bien compris : dans le bécher).

- Agiter vigoureusement la solution de β -naphtol maintenue dans la glace.

- Ajouter très lentement la solution de phényldiazonium froide préparée au I- en surveillant attentivement la température du milieu réactionnel (T maintenue inférieure à 5°C). ***En principe, le critère de température sera ici plus facile à tenir.***

- Laisser reposer le mélange dans un bain de glace en agitant de temps en temps.

FIN DE LA PREMIÈRE SÉANCE, LE COLORANT EST FORMÉ AU SEIN DU MILIEU RÉACTIONNEL ET VA ÊTRE STOCKÉ TEL QUEL.

Deuxième séance : séparation, purification et analyse du jaune de soudan synthétisé.

III - récupération et purification du produit

Pour chacune des parties qui suivent, de nouveaux gestes sont à maîtriser et à réaliser avec précision. Soyez donc attentifs et n'hésitez pas à poser des questions pendant la séance de préparation.

- 1) Filtrer le milieu réactionnel obtenu à la suite de la première séance sous vide léger (sur büchner et fiole à vide).

- 2) Laver à l'eau et rincer avec un tout petit peu d'éthanol froid (qu'on avait au préalable mis à refroidir dans un bain d'eau glacée, eh oui, il faut lire l'énoncé en entier avant de se lancer...).

- 3) Essorer, récupérer le produit brut et le sécher sur une feuille de papier filtre.

- 4) Peser le produit brut obtenu.

- 5) Si nous avons le temps, nous recristalliserons le produit dans de l'éthanol, puis ce sera l'enchaînement classique :

filtrer - essorer - sécher - peser – analyser

IV - Analyse

- Mesure de la température de fusion du produit obtenu.
- Ou :
- Réalisation d'une CCM.

V- Calcul

Rendement de la synthèse