TP de chimie de synthèse n°1 : un pigment, l'indigo

1) Introduction

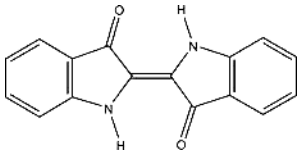
L'**indigotier** ou l'**indigo des teinturiers** ou encore l'**indigo des Indes** est une plante des régions chaudes de la famille des Fabacées. La plante a été cultivée en Inde pendant plus de quatre mille ans. Il s'agit d'un arbuste pouvant atteindre un à deux mètres. Elle peut être annuelle, bisannuelle ou vivace, en fonction du climat.

Pour obtenir de la teinture, les feuilles de l'indigotier sont d'abord trempées dans de l'eau, puis laissées à fermenter, processus pendant lequel le glycoside indican se convertit en **indigotine**, le principe colorant donnant le bleu. Le tout est comprimé, séché puis transformé en poudre. Il en résulte une teinture plus ou moins bleu-pourpré, et l'on ajoute aussi des adjuvants afin de rendre des nuances.

L'extraction étant coûteuse, on synthétise aussi l'indigo au laboratoire.

(*) Quelle différence existe-t-il entre un pigment et un colorant ?

2) La molécule d'indigo

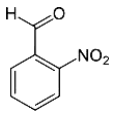
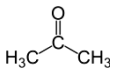
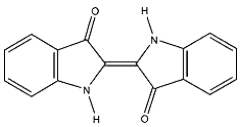


a) (*) Quel nom donne-t-on à cette représentation ? Donner la structure de Lewis de la molécule puis sa formule brute.

b) (*) La molécule présente une double liaison centrale et sa configuration est une configuration E. Justifier cette dénomination.

c) (*) La molécule pourrait aussi se présenter sous la configuration Z. Dessiner cette nouvelle configuration. Pourquoi est-elle moins stable que la configuration E ? (coup de pouce : penser à la possibilité ou non de création de liaisons intramoléculaires d'un certain type et à ses conséquences).

3) Equation de la réaction de synthèse :

2  (ℓ) + 2  (ℓ) + 2 HO^-(aq) →  (s) + 2 CH_3-COO^- (aq) + 4 H_2O(ℓ)

2-nitrobenzaldéhyde acétone ion hydroxyde indigo ion éthanoate eau

a) (*) Donner l'équation de la synthèse en utilisant des formules brutes et les …….. et vérifier la conservation des éléments et de la charge totale.

b) (*) Dresser le tableau d'avancement de la synthèse en utilisant les formules brutes (EI et EF).

4) Dangers des espèces et précautions de manipulation

(*) Sur le site de la société chimique sigma aldrich (http://www.sigmaaldrich.com/france.html), chercher et recopier les pictogrammes de danger et leur signification des espèces chimiques du TP ainsi que les précautions d'utilisation au laboratoire (protection) :

- acétone
- 2-nitrobenzaldéhyde
- solution de soude caustique (contenant les ions hydroxydes) (préparée au laboratoire du lycée)
- indigo

Pour cela, rentrer le nom de l'espèce chimique dans le cadre de recherche en haut à droite du site, puis cliquer sur MSDS pour l'espèce correspondante dans la liste présentée (choisir toujours la meilleure pureté ou la plus grande concentration disponible si choix).

5) Protocole

(*) Réfléchir à l'avance au matériel à utiliser pour les prélèvements. Relire et bien apprendre la fiche prélèvement de masses et volume et le petit livret sur la chimie au laboratoire de chimie organique, partie filtration.

- Dans un erlenmeyer de 125 mL, verser 1,0 g de 2-nitrobenzaldéhyde, et 35 mL d'eau.
- Sous hotte, ajouter 20,00 mL d'acétone pure.
- Agiter très vivement à l'aide d'un agitateur magnétique à la paillasse en fixant l'erlenmeyer avec une pince.
- Ajouter lentement au goutte à goutte 5,0 mL de solution de soude ($Na^+(aq) + HO^-(aq)$) présente dans un burette. *Attention : la soude est préparée par dissolution de 8,0 g de soude en pastille dans 100 mL d'eau. Il faut porter gants et lunettes pour manipuler cette solution.*
- La solution passe de la couleur jaune foncé à une couleur plus sombre. L'indigo précipite.
- Après 10 minutes, filtrer sur Büchner.
- Laver le précipité avec de l'eau jusqu'à ce que le filtrat soit incolore.
- Laver avec un peu d'éthanol. Laisser essorer une minute.
- Peser une boîte de Pétri vide et indiquer sa masse m_1 dessus au feutre à verre et sur le compte-rendu. Mettre vos initiales sur la tranche. Placer l'indigo obtenu dans la boîte.
- Mettre à l'étuve à 120°C le plus longtemps possible.
- Sortir de l'étuve et déterminer la masse m_2 de l'ensemble boite de Pétri + indigo sec.

6) Exploitation

On utilisera les masses molaires atomiques du livre pour déterminer les masses molaires voulues ou on les aura notées sur le site de sigma aldrich.

a) (*) Déterminer la concentration de la soude utilisée (rappel : 8,0g de pastilles de NaOH(s) dissous dans 100 mL d'eau)

b) (*) Déterminer les quantités de matière initiale des réactifs. On donne $\rho_{acétone} = 0,79\ g.mL^{-1}$.

c) (*) En déduire le réactif limitant.

d) (*) Déterminer l'expression littérale de la quantité de matière indigo attendue $n_{indigo,f,théorique}$ en fin de synthèse ainsi que de sa masse m_3. Faîtes les calculs.

e) (*) L'indigo précipite, il n'est donc pas soluble dans l'eau. Quelle explication pourrait-on donner ?

f) Rendement de la synthèse.

On appelle rendement de la synthèse et on note η (lettre grecque êta) le rapport de la quantité de matière de l'espèce désirée (ici l'indigo) réellement obtenue en fin de synthèse après toutes les étapes $n_{indigo,f,exp}$ par la quantité de l'espèce désirée qu'on aurait obtenue théoriquement si il n'y avait eu aucune perte lors des étapes de la synthèse $n_{indigo,f,théorique}$.

(*) Un rendement est forcément inférieur à une certaine valeur. Laquelle et pourquoi ?

(*) Donner l'expression littérale de η en fonction de M(indigo), m_1, m_2 et $n_{indigo,f,théorique}$.puis de M(indigo), m_1, m_2, et m_3.

Déterminer ce rendement et commenter.