

TP23

Synthèse de l'indigo

► Histoire de l'indigo...

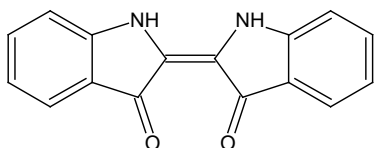
- L'histoire de l'indigo (du latin *indicum* : de l'Inde) commence en Inde, quatre millénaires avant J.C.
- L'indigo naturel provient de nombreuses espèces végétales.

Du moyen-âge à la fin du XVI^e siècle, une plante, le pastel fait, grâce à ses feuilles, la fortune d'une région qui porte depuis le nom de « Pays de Cocagne ». En effet, était extraite des feuilles, une teinture bleue contenant l'indigo. Actuellement, la manufacture des Gobelins utilise le pastel pour ses productions de prestige.

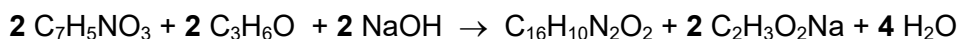
- Dans l'une des étapes de la fabrication, les feuilles étaient broyées et formaient une pâte (d'où pastel) qui était ensuite pressée en boules de 15 cm de diamètre qu'on appelait cocagnes.

- Les feuilles de pastel contiennent l'**ISATAN** : après la cueillette des fleurs, des bactéries produisant des enzymes permettent l'hydrolyse de cette molécule. On obtient, entre autres une substance, l'**INDOXYLE** incolore, soluble dans l'eau, qui par oxydation à l'air donne l'**INDIGO**, solide bleu foncé, insoluble dans l'eau.

- Depuis 1850, certains colorants naturels n'ont plus été extraits de végétaux mais synthétisés : ils ont été fabriqués à partir d'autres espèces chimiques.
- La première synthèse industrielle de ce colorant date de 1897, par la société chimique et pharmaceutique allemande BAYER. A cette date l'Allemagne en importait 1400 tonnes, en 1904 elle en exportait 9000 tonnes.
- Actuellement la production annuelle mondiale est de 14000 tonnes. Le marché du blue-jeans consomme 99% de cette production

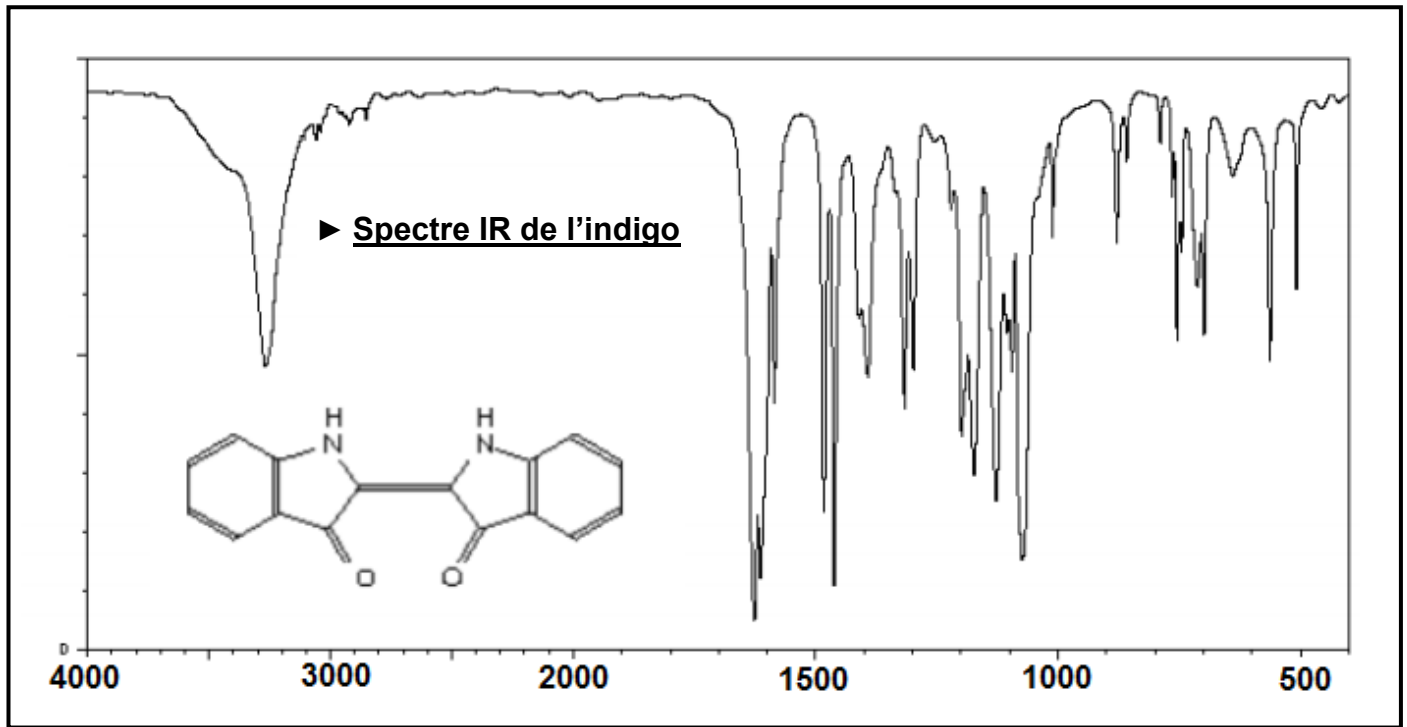
► Synthèse de l'indigo

- L'indigo ($C_{16}H_{10}N_2O_2$) est synthétisé à partir du **nitrobenzaldéhyde** ($C_7H_5NO_3$) et de la **propanone** (ou **acétone** C_3H_6O), en milieu basique.



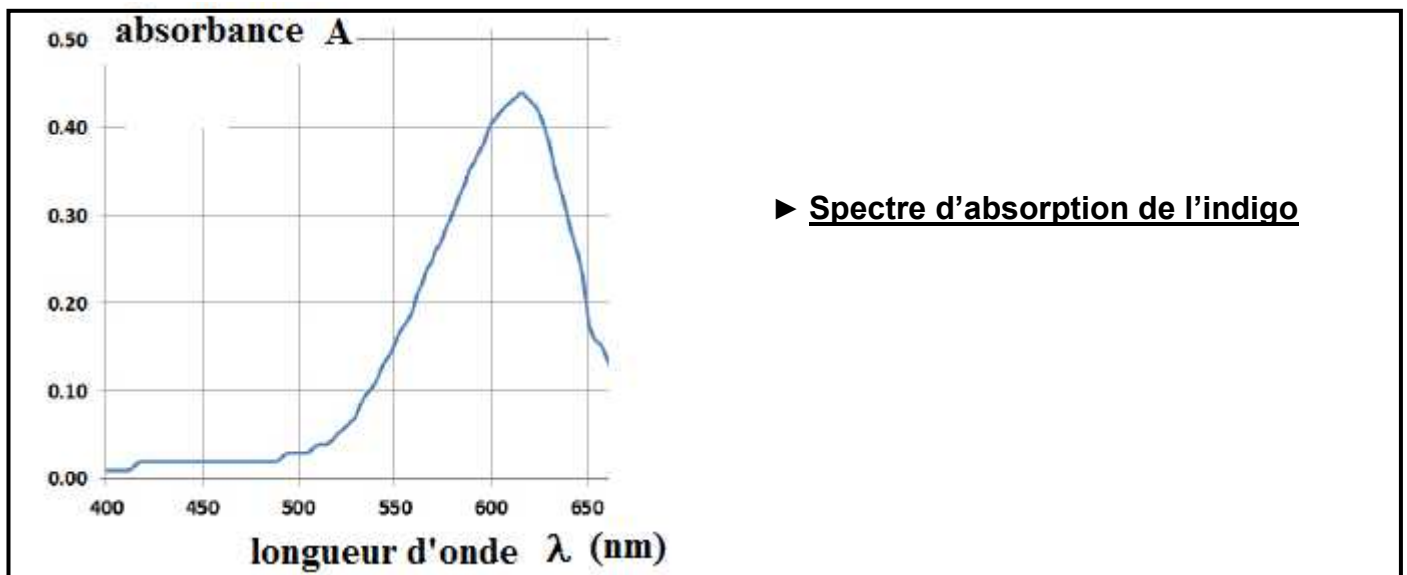
Masses molaires atomiques ($g \cdot mol^{-1}$)

H	C	N	O	Na
1	12	14	16	23



► Bandes d'absorption IR de quelques types de liaisons chimiques

Liaison	Nature	Nombre d'onde cm^{-1}	Intensité
O-H alcool libre	élongation	3580-3670	F, large
O-H alcool lié	élongation	3200-3400	F, large
N-H amine	élongation	3100-3500	m
C-H aromatique	élongation	3030-3080	m
C-H	élongation	2800-3000	m
C-H aldéhyde	élongation	2750-2900	F
O-H acide carboxylique	élongation	2500-3200	M
C=C	élongation	2100-2250	F à m; large
C=O (anhydride)	élongation	1700-1840	F ou m
C=O (chlorure d'acyle)	élongation	1770-1820	F ; 2 bandes
C=O (ester)	élongation	1700-1740	F
C=O (aldéhyde et cétone)	élongation	1650-1730	F
		(abaissement de 20 à 30 cm^{-1} si conjugaison)	F
C=O (acide)	élongation	1680-1710	F
C=C	élongation	1625-1685	m
C=C aromatique	élongation	1450-1600	(3 ou 4 bandes)
N=O	élongation	1510-1580 et 1325-1365	F ; 2 bandes
N-H amine ou amide	déformation	1560-1640	F ou m



Synthèse de l'indigo

- ▶ Dans un erlenmeyer :
- verser 0,50 g de **nitrobenzaldéhyde**
- 10 mL d'**acétone**
- 20 mL d'eau distillée.
- ▶ Agiter à l'aide d'un agitateur magnétique chauffant.
- ▶ Ajouter lentement 5,0 mL de **soude** à 2,0 mol.L⁻¹.

→ Qu'observe-t-on ?

- ▶ Après quelques minutes, filtrer sur Büchner.
- ▶ Laver le précipité avec de l'eau jusqu'à ce que le filtrat soit incolore, puis rincer avec un peu d'éthanol.
- ▶ Récupérer l'indigo dans un verre de montre

Utilisation en teinture

- ▶ Mettre un peu d'indigo dans un bécher contenant de l'eau ; remuer afin d'essayer de dissoudre l'indigo
- ▶ Plonger un morceau de tissu dans le bécher et l'imprégner de la solution colorante.
- ▶ Sortir le tissu teinté et le rincer à l'eau

→ Que constate-t-on ?

→ Pourquoi l'indigo n'est-il pas utilisé directement en teinture ?

▪ L'étape suivante consiste à transformer l'indigo en une forme dérivé, appelée **leuco-dérivé**, de couleur jaune-verte pâle, qui servira à la teinture.

Le tissu imprégné du leuco-dérivé, est ensuite exposé à l'air. Il réagit avec le dioxygène : le leuco-dérivé (vert) en s'oxydant se transforme en indigo (bleu) qui emprisonné dans les fibres, teint alors le tissu en surface.

Etant insoluble dans l'eau, la teinture résiste à l'eau mais elle est sensible à l'abrasion.

- ▶ Dans un erlenmeyer, dissoudre 0,5 g de **dithionite de sodium** dans 40 mL d'eau avec une pastille de soude.
- ▶ Ajouter l'indigo restant.
- ▶ Agiter la solution (à l'aide de l'agitateur chauffant) jusqu'à dissolution de l'indigo : la solution doit prendre une couleur verte. Si la dissolution ne s'effectue pas en totalité, rajouter un peu de dithionite de sodium.
- ▶ Arrêter l'agitation et le chauffage
- ▶ Immerger alors un échantillon de tissu blanc à l'aide d'un agitateur en verre et bien l'imprégner de la solution colorante
- ▶ Retirer l'échantillon de tissu, le passer sous l'eau du robinet et le sécher.

→ Que constate-t-on ?

Questions

→ D'après la formule de l'indigo, quelles sont les deux fonctions chimiques que l'on peut observer sur cette molécule ? Retrouve-t-on ces fonctions sur le spectre de l'indigo ? Justifier.

→ Le spectre d'absorption de l'indigo permet-il de justifier la couleur de l'indigo ?

→ On a prélevé **0,50 g** de nitrobenzaldéhyde **C₇H₅NO₃**. Calculer la quantité de matière correspondante

→ On a prélevé **10 mL** d'acétone **C₃H₆O**. Calculer la quantité de matière correspondante
($\rho_{\text{acétone}} = 0,79 \text{ g.mL}^{-1}$)

→ On a prélevé **5,0 mL** de soude de concentration **2,0 mol.L⁻¹**; Calculer la quantité de matière correspondante

→ Déterminer le réactif limitant de la réaction ainsi que les réactifs en excès

→ Donner les quantités de matière des espèces présentes dans le mélange final

→ Calculer la masse d'indigo que l'on peut théoriquement obtenir en fin de réaction