

Synthèse du bleu de bromophénol

1) Généralités

Le bleu de bromophénol se prépare par bromation du rouge de phénol (les équilibres sont écrits ci-dessous). On s'attachera à discuter les points suivants:

- pourquoi a-t-on affaire à des colorants?
- quel type de mécanisme est mis en jeu?
- expliquer le nombre de substitutions.
- expliquer l'orientation on pourra s'aider d'un logiciel « Hückel »
- justifier, de façon détaillée le protocole expérimental.
- donner les numéros CAS des réactifs et produits

2) Manipulation

Introduire dans un erlen de 50 ml, 200 mg de rouge de phénol (la masse est donnée pour indication, mais doit être connue avec précision). Rajouter 10 mL d'éthanol *absolu* et laisser 5 mn sur agitation magnétique puis, toujours en agitant mettre au bain de glace+ sel.

Préparer une plaque de chromatographie sur laquelle vous allez déposer trois taches ; une de la solution de départ (avant addition du perbromure), une après addition de 1 mL d'agent bromant et une en fin de réaction. L'élution se fait au pentanol.

Pendant ce temps préparer une solution de 1,0 g de perbromure de pyridinium dans 10 ml d'éthanol absolu. Le perbromure de pyridinium est un agent bromant qui a le même effet que le dibrome mais qui a l'avantage de présenter beaucoup moins de risques de manipulations.

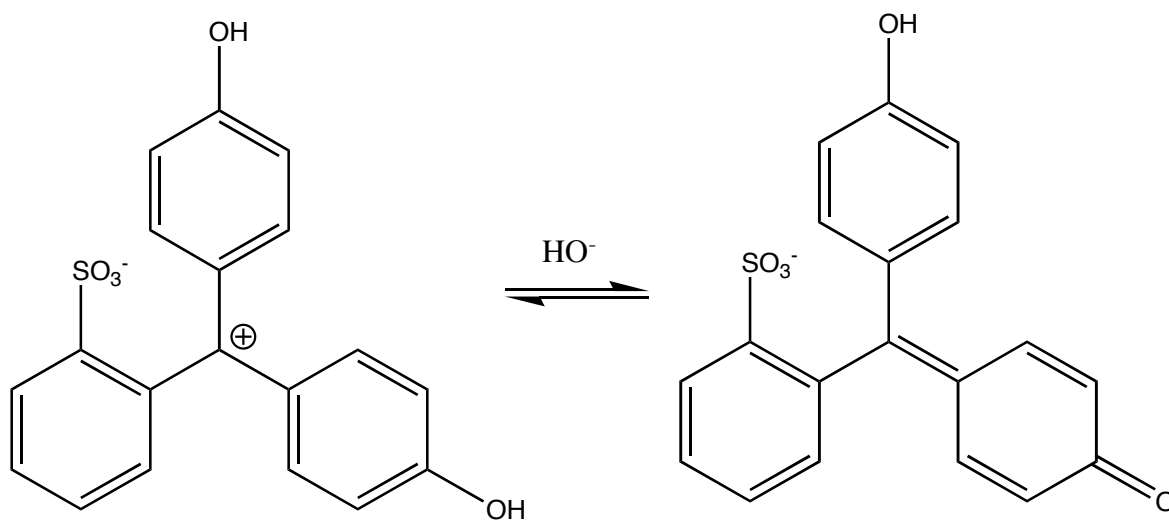
Rajouter alors goutte à goutte cette solution à la solution *glacée* de rouge de phénol. Le mélange ne doit guère dépasser les 0°C. L'addition terminée laisser revenir le mélange à température de la pièce tout en continuant l'agitation pendant 15 min.

Transférer alors dans un ballon de 100 ml en rinçant avec une solution à 10 % de carbonate de sodium. Filtrer pour éliminer tout solide restant puis neutraliser en ajoutant goutte à goutte de l'acide chlorhydrique concentré.

Distiller alors le solvant jusqu'à obtenir un précipité blanchâtre au fond du ballon; il est difficile de donner l'ordre de grandeur de la quantité de solvant à chasser car cela dépend fortement de la quantité d'eau de rinçage ajoutée, mais il faut au moins réduire le volume de moitié.

Recueillir le distillat dans le récipient prévu à cet effet, et filtrer le restant du ballon sur Goosch. On doit obtenir des cristaux rouges sombres. S'il s'est formé un autre précipité; laver avec le minimum d'eau glacée. Sécher, peser, calculer le rendement, tracer le spectre d'absorption en milieu basique et en milieu acide (on préparera une solution à 20mg/l). Le comparer à celui du produit commercial.

Rouge de phénol



Bleu de bromophénol

