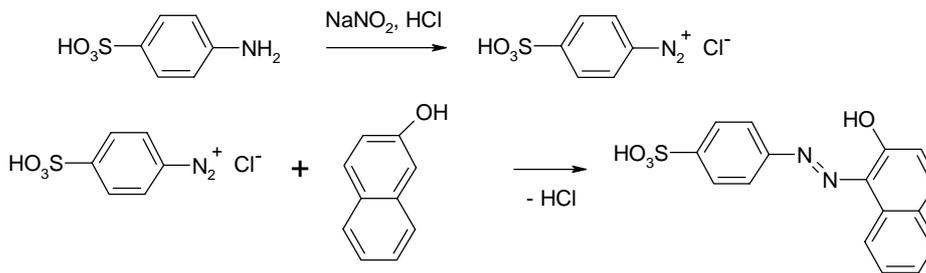


Diazotierung - Azokupplung: β -Naphtholorange

Macroscale



Kühlen

Diazotieren

Umkristallis.

Chemikalien:

Sulfanilsäure

Natriumnitrit

Ethanol

2-Naphthol

Salzsäure

Natronlauge

Durchführung der Reaktion:

Man löst 50 mmol β -Naphthol in 100 mmol 2N Natronlauge, ebenso löst man 50 mmol Sulfanilsäure in 20 ml 2N Natronlauge.

- Diazotierung:** Zur Lösung mit der Sulfanilsäure fügt man die Lösung von 3,4 g Natriumnitrit in 40 ml Wasser. Diese Lösung wird unter Rühren in 25 ml mit Eis/Kochsalz gekühlte 2N Salzsäure (hergestellt durch Verdünnen von konz. Salzsäure) getropft, wobei eine Temperatur von 5 °C nicht überschritten werden soll.
- Azokupplung:** Zur Lösung von β -Naphthol lässt man unter Eiskühlung bei einer Innentemperatur von 5-10 °C die Lösung der diazotierten Sulfanilsäure langsam unter magnetischem Rühren zufließen. Gegen Ende der Reaktion kontrolliert man den pH-Wert der Lösung und setzt gegebenenfalls weitere 2N Natronlauge zu, damit die Lösung stets alkalisch bleibt. Die Fällung des Farbstoffs wird durch Aussalzen mit Kochsalz vervollständigt.

Isolierung und Reinigung:

Man saugt nach einstündigem Stehen im Eisbad ab, wäscht den Farbstoff auf der Nutsche mit Eiswasser. Man kristallisiert den Farbstoff aus Wasser/Ethanol 3:1 um und trocknet ihn dann im Vakuum-Exsikkator über Calciumchlorid bis zur Gewichtskonstanz.

Auswertung:

Man nimmt mit Hilfe eines Assistenten ein UV-VIS-Spektrum einer verd. Lösung von β -Naphthol in Ethanol auf

Literaturausbeute : 80 % der Theorie