

6-7 Darstellung eines Azofarbstoffes

Reaktionstyp: elektrophile Substitution

Arbeitstechniken und Methoden: Standardmethoden

Geräte: Standardgeräte

Chemikalien:

Sulfanilsäuremonohydrat (4-Aminobenzolsulfonsäuremonohydrat) (4,8g), 2-Naphthol (3,6 g), Ethanol (ca. 125 ml), Natriumcarbonat (1,6 g), Natriumnitrit (1,9 g), 10 %ige Natronlauge (20 ml), konz. Salzsäure (5 ml), Kochsalz ("Viehsalz")

Warnhinweise:

Sulfanilsäure ist ein Reizstoff. Dieser Umstand sollte Ihnen schon durch die Struktur der Substanz verständlich sein. *2-Naphthol* ist gesundheitsschädlich und umweltgefährdend.

Natriumnitrit ist giftig, brandfördernd und ebenfalls umweltgefährdend. Eine direkte krebserzeugende Wirkung ist bislang nicht nachweisbar gewesen, aber Sie sollten aus der Tagespresse die Besorgnisse kennen, dass nitrihaltiges Pökelsalz im Magen prinzipiell zu krebserzeugenden Nitrosaminen reagieren könnte. Hauptaufnahmeweg ist offenbar der Verdauungstrakt, sichere Erkenntnisse über Hautresorption liegen nicht vor. Vergiftungen sind klinisch leicht durch die sich ausbildende Methämoglobinie erkennbar.

Ausführung:

In einem 125-ml-Erlenmeyerkolben wird Sulfanilsäure-monohydrat (4,8 g; rechnen Sie die Menge um, wenn die ausstehende Sulfanilsäure kein Kristallwasser enthält) in Natriumcarbonatlösung (1,6 g Natriumcarbonat in 50 ml) in der Siedehitze gelöst. Zu der mit kaltem Wasser abgekühlten Lösung wird Natriumnitrit (1,9 g) hinzugefügt und so lange gerührt, bis das Nitrit gelöst ist. Die Lösung wird in einen mit Eis (25 g) und konz. Salzsäure (5 ml) gefüllten Erlenmeyerkolben gegossen (*Was beobachten Sie?*) Das Gemisch wird unter Kühlung höchstens 2 Stunden aufbewahrt (Gemisch A).

In einem kleinen Becherglas wird 2-Naphthol (3,6 g) in 10 %-iger Natronlauge (20 ml) gelöst. Sie dürfen zum Auflösen des 2-Naphthols anwärmen, müssen die fertige Lösung aber wieder auf Eisbadtemperatur herunterkühlen. Unter Kühlung im Eis-Wasser-Bad und unter Rühren wird das Gemisch A in einem Guss zu der 2-Naphthollösung hinzugegeben (*Was beobachten Sie?*)

Nach 10 Min kräftigem Rühren wird erhitzt, um eine klare Lösung zu erhalten und Kochsalz (10 g) in der Hitze hinzugefügt. Anschließend wird die Lösung im Eis-Wasser-Bad gekühlt. Das Rohprodukt wird abgesaugt und mit kalter ges. Natriumchloridlösung gewaschen. Das Filtrat enthält nur noch anorganische Bestandteile (welche?) und wird daher ins Abwasser gegeben. Der noch feuchte Filterkuchen wird in ca 50 ml Wasser in der Siedehitze gelöst und die Lösung heiß filtriert. Das Filtrat darf ein maximales Volumen von 60 ml nicht überschreiten (*Sonst einengen!*). Es wird auf 80 °C abgekühlt und mit Ethanol (120 ml) versetzt. Nach Stehen lassen über Nacht im Kühlschrank wird abgesaugt und mit wenig kaltem Ethanol gewaschen.

Wenn Sie die Substanz an der Luft trocknen, so enthält sie noch 2 Äquivalente Kristallwasser. Wird dieses durch Trocknen bei 120°C im Vakuum entfernt, so schlägt die Farbe von orange in ein schönes kräftiges Rot um. Wenn Sie das Kristallwasser nicht entfernen, so denken Sie daran, dieses bei der Berechnung der Ausbeute zu berücksichtigen!

Bestimmen Sie Ausbeute und Schmelzpunkt.

Fragen vor Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktionen an! Erläutern Sie genau an Hand der σ -Komplexe, an welcher Position der elektrophile Angriff am günstigsten ist!
2. Die darzustellende Substanz hat eine orangerote Farbe. Welches Licht wird also absorbiert? Welche Wellenlänge ist das?
3. Die Substanz ist ein Textilfarbstoff. Welche Fasern kann man damit färben? Auf welche Weise wird der Farbstoff auf die Faser aufgebracht? Welche anderen Färbetechniken gibt es? (Bei Interesse kann dies im Praktikum ausprobiert werden.)
4. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit des Produkts und zu dessen Struktursicherung!

Aufgaben nach Ausführung des Versuchs:

5. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 3!

Lit.:

L.F.Fieser, K.L.Williamson Org. Exp. 333-338

Org.Synth.Coll.Vol. II 35-36

UV-Vergleichsspektrum: J.B.Müller, Helv.Chim.Acta 35,2579(1952)