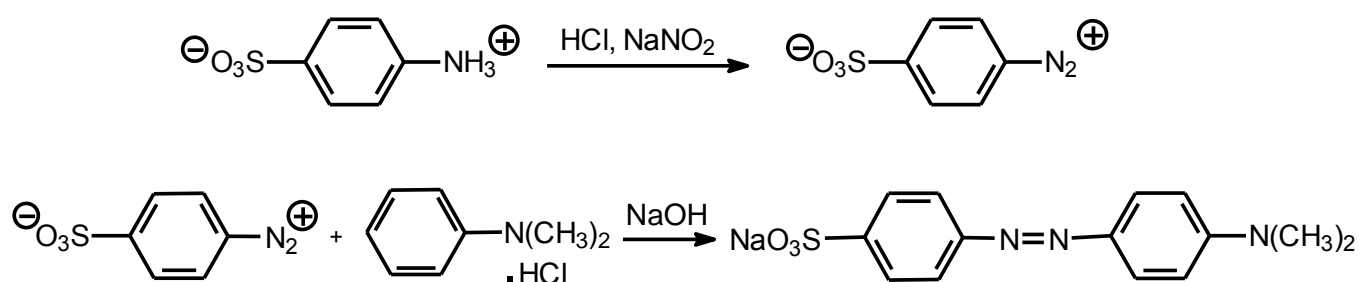


III.e.5

ORANŻ METYLOWY**Odczynniki:**

kwas sulfanilowy uwodn.	2,1 g (0,01 m)	N,N-dimetyloanilina	1,25 cm ³ (1,2 g, 0,01 m)
węglan sodu bezw.	0,5 g	kwas chlorowodorowy (1:1)	2,0 cm ³
azotan(III) sodu	0,7 g	chlorek sodu	2,0 g
kwas chlorowodorowy stęż.	2,0 cm ³	wodorotlenek sodu	1,5 g

UWAGA: Praca ze stężonym kwasem, ługiem oraz aminą aromatyczną (substancja bardzo szkodliwa przy wdychaniu i kontakcie ze skórą). Obowiązują rękawice ochronne!

W kolbie stożkowej o poj. 100 cm³ rozpuszcza się Na₂CO₃ w 10 cm³ wody, dodaje kwas sulfanilowy i lekko ogrzewa na łaźni wodnej. Do uzyskanego przezroczystego roztworu, oziębionego pod bieżącą wodą do temperatury ok. 15 °C, dodaje się roztwór azotanu(III) sodu w 5 cm³ wody. Po oziębieniu w łaźni lodowej do ok. 0 °C wkrapla się, mieszając, roztwór 2 cm³ stęż. HCl w 4 cm³ wody utrzymując temperaturę poniżej 5 °C. Po 15 min sprawdza się obecność wolnego kwasu azotowego(III) papierkiem jodokrobiowym (pojawienie się fioletowego zabarwienia). Do otrzymanego roztworu soli diazoniowej dodaje się, energicznie mieszając, roztwór N,N-dimetyloaniliny w 2 cm³ HCl (1:1) i pozostawia na 15 min od czasu do czasu mieszając. Następnie wkrapla się powoli, mieszając, roztwór 1,5 g NaOH w 4 cm³ wody. Roztwór powinien przybrać ciemnopomarańczowe zabarwienie. Po zakończeniu wkrapiania zawartość kolby ogrzewa się prawie do wrzenia do rozpuszczenia większej części oranżu metylowego, dodaje ok. 2 g NaCl i ogrzewa do jego rozpuszczenia. Mieszaninę pozostawia się do ostygnięcia, a następnie oziębia w łaźni lodowej. Wydzielony osad odsącza się i przemywa niewielką ilością nasyconego roztworu NaCl.¹ Surowy produkt oczyszcza się przez krystalizację z wody.² Oranż metylowy jako sól nie ma ściśle określonej temperatury topnienia.

Kontrola czystości za pomocą TLC [kilka miligramów barwnika rozpuszcza się w minimalnej ilości etanolu; adsorbent: Al₂O₃, eluent: n-butanol/aceton/woda (2:7:2)].

¹ Przesącz wylewa się do pojemnika **W-Z** (wodne roztwory zasad).

² Zagęszczony przesącz po krystalizacji, z którego nawet po oziębieniu nie wydzielił się żaden osad, można rozcieńczyć wodą i wylać do zlewu.