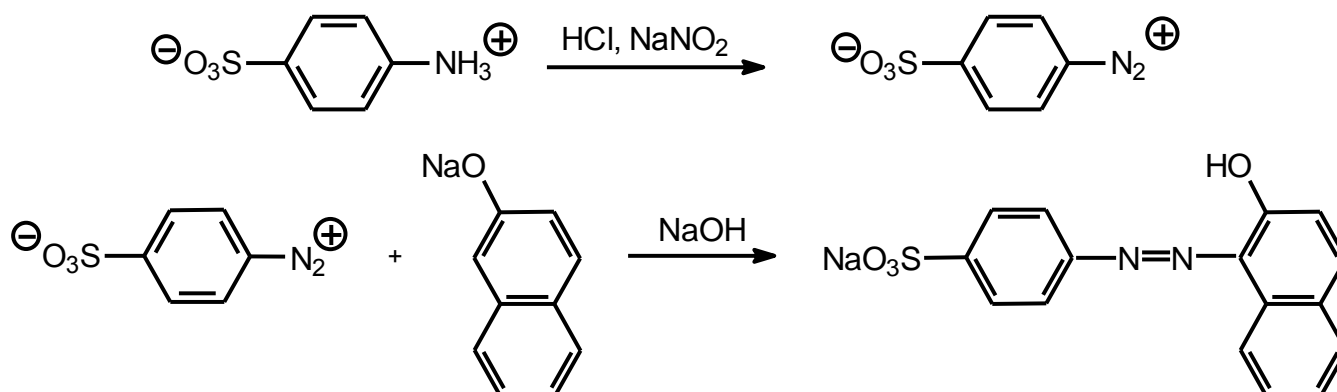


ORANŻ β -NAFTOŁOWY**Odczynniki:**

kwas sulfanilowy uwodn.	2,6 g (0,013 m)	2-naftol	1,8 g (0,013 m)
węglan sodu bezw.	0,66 g	wodorotlenek sodu 10%	10,0 cm ³
azotan(III) sodu	0,95 g	chlórek sodu	5,0 g
kwas chlorowodorowy stęż.	4,5 cm ³	etanol	do krystalizacji

UWAGA: Praca ze stężonym kwasem i ługiem. Obowiązują rękawice ochronne!

W kolbie stożkowej o poj. 50 cm³ rozpuszcza się węglan sodu w 25 cm³ wody, dodaje kwas sulfanilowy i lekko ogrzewa. Do uzyskanego przezroczystego roztworu, oziębionego pod bieżącą wodą do temperatury ok. 15 °C, dodaje się roztwór azotanu(III) sodu w 2,5 cm³ wody. Następnie zawartość kolby wlewa się powoli, mieszając, do zlewki o poj. 250 cm³ zawierającej 4,5 cm³ stęż. kwasu chlorowodorowego i 25 cm³ pokruszonego lodu. Temperatura podczas reakcji nie powinna przekroczyć 5 °C. Po 15 min sprawdza się obecność wolnego kwasu azotowego(III) papierkiem jodoskrobiowym (pojawienie się fioletowego zabarwienia). Wkrótce zaczynają wypadać drobne kryształki sulfonianu benzenodiazoniowego, którego nie trzeba odsączać, gdyż w następnym etapie ulega rozpuszczeniu. Zawiesinę związku diazoniowego przechowuje się w wodzie z lodem.

W zlewce o poj. 250 cm³ rozpuszcza się 1,8 g 2-naftolu w 10 cm³ 10 % roztworu wodorotlenku sodu. Roztwór ten oziębia się do 5 °C i mieszając wlewa do niego dobrze rozmieszaną zawiesinę zdiazowanego kwasu sulfanilowego. Sprzęganie zachodzi szybko i barwnik wydziela się w postaci krystalicznej pasty. Miesza się dalej energicznie przez 10 min, a następnie ogrzewa zawartość zlewki do temp. 60 °C aż do rozpuszczenia osadu. Po dodaniu 5 g chlorku sodu (w celu zmniejszenia rozpuszczalności produktu) ponownie ogrzewa się aż do rozpuszczenia. Roztwór pozostawia się na 1 godz. do ostygnięcia, a następnie chłodzi w lodzie dla zakończenia krystalizacji. Produkt odsącza się na lejku Büchnera, przemywa niewielką ilością nasyconego roztworu soli kuchennej¹ i suszy. Tak otrzymany barwnik zawiera ok. 20% chlorku sodu. Aby otrzymać czysty, krystaliczny oranż β -naftolowy, rozpuszcza się surowy produkt w możliwie jak najmniejszej objętości wrzącej wody, pozostawia do ostygnięcia do 80 °C, dodaje około dwukrotną objętość etanolu i pozostawia do powolnej krystalizacji. Po ostygnięciu odsącza się czysty barwnik, przemywa niewielką ilością etanolu² i suszy na powietrzu.

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 Przesącze po krystalizacji wylewa się do pojemnika **E** (roztwory etanolowe).