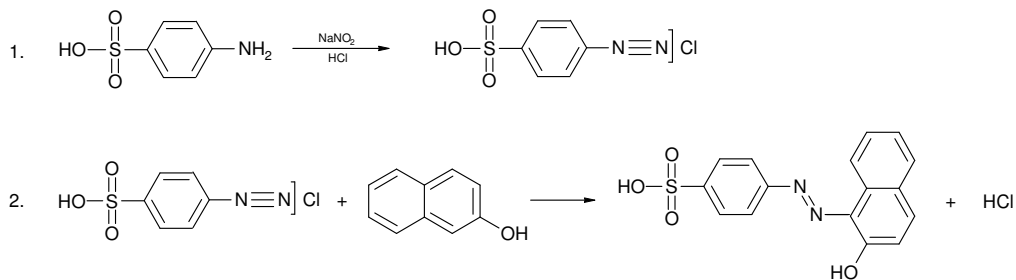


10.3.3. β -Naphtholorange

Reaktion:



Ansatz:

- 1,7 g Sulfanilsäure;
- 1,4 g 2-Naphthol;
- 0,6 g Natriumcarbonat;
- 3 ml konz.Salzsäure;
- 0,7 g Natriumnitrit;
- 8 ml 10 %-ige Natronlauge; 10,0 g Natriumchlorid

Vorschrift:

1. Darstellung des Diazoniumsalzes

In einem Becherglas werden unter Rühren Sulfanilsäure und Natriumcarbonat in 20 ml Wasser gelöst. Danach wird vorsichtig die Salzsäure hinzugefügt. Leichtes Aufschäumen ist möglich. Nach Abkühlung (Eis-Kochsalz-Mischung) der Reaktionslösung auf mindestens 5 °C wird durch langsame Zugabe des in 2-3 ml Wasser gelösten Natriumnitrits diazotiert, wobei die Temperatur nicht über 10 °C steigen darf. Unter Bildung des Diazoniumions färbt sich die Reaktionsmischung dunkelgelb.

2. Azokupplung

2-Naphthol wird in einem zweiten Becherglas in der Natronlauge gelöst. Die Lösung sollte klar sein; unter Umständen muß leicht erwärmt werden. Nach Abkühlung auf 3 °C wird die Suspension des Diazoniumsalzes unter kräftigem Rühren so dazugegeben, dass die Temperatur 8 °C nicht überschreitet.. Die Lösung färbt sich rot. Nach beendeter Zugabe wird 5-10 min unter Kühlung weiter gerührt, wobei der Farbstoff teilweise ausfällt. Die vollständige Abtrennung erfolgt durch Aussalzen. Dazu wird die Reaktionslösung in einem Wasserbad auf 90 °C so lange erhitzt, bis sich alles gelöst hat. Zur dunkelvioletten Lösung wird jetzt unter Rühren portionsweise Natriumchlorid gegeben, solange bis die Lösung gesättigt ist (weniger als 10 g). Während der Abkühlung im Eisbad bildet sich ein violetter Bodensatz, der abgesaugt und mit gesättigter Kochsalzlösung gewaschen wird. Das Rohprodukt soll nicht umkristallisiert werden.

Literatur:

- 1) nach: H.E. Fierz-David und L. Blangey, *Grundlegende Operationen der Farbenchemie*, Springer (7.Auflage), 250;
- 2) Autorenkollektiv, *Organikum*, 20. Auflage, 1999, 586 und 596
- 3) VOGEL's *Textbook of practical organic chemistry*, Longman (4. Auflage) 1978, S.716

Produkt: 2-Naphtholorange

Ausbeute:

Mechanismus: Diazotierung, Bildung eines Azofarbstoffs durch Azokupplung (elektrophile Substitution)

Bemerkungen: **Keine** Isolierung des Diazoniumsalzes, da feste Diazoniumsalze explosiv zerfallen können! Die Zugabe äquivalenter Mengen Nitrit kann durch den Nachweis von freier salpetriger Säure mittels Iodid/Stärkepapier geprüft werden. Freie salpetrige Säure wird durch Umsetzung mit Harnstoff eliminiert. Bei dieser Ansatzgröße jedoch nicht unbedingt erforderlich. Vom Produkt ist kein IR-Spektrum anzufertigen!

Gefährdung: Bei Umsetzungen mit salpetriger Säure ist Vorsicht und Sorgfalt geboten. Immer unter dem Abzug arbeiten. Natriumnitrit ist giftig (T), jeglichen Kontakt sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden. Sulfanilsäure und 2-Naphthol sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper vermeiden. Salzsäure und Natriumhydroxid wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Natriumnitrit ist brandfördernd (O), jeden Kontakt mit brennbaren Stoffen vermeiden. Ethanol ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Entsorgung: Reaktionslösung und Waschwasser in Sammelbehälter für nitrit-/nitriathaltige anorganische Säuren. Ethanol in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

Zeitaufwand: Apparaturaufbau: 1,0 h ; Reaktionsdauer: 2,0 h ; Aufarbeitung: 2,5 h.

Protokoll: Im Protokoll sind Ausführung über die Beziehung von Struktur und Farbe zu machen.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
β-Naphtholorange				Xi	H315, H319, H335	P261, P264, P280, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P312, P321, P332+P313, P337+P313, P362, P403+P233, P405, P501
Sulfanilsäure	173,19	288		Xi	H315, H317, H319	P261, P264, P280, P302+P352, P305+P351+P338, P321, P333+P313, P337+P313, P362, P501
β-Naphthol	144,17	120-122	285	Xn, N	H302, H332, H400	P261, P264, P273, P301+P312, P304+P340, P330, P391, P501
Natriumnitrit	69,00	271	320	T, O, N	H272, H301, H400	P210, P220, P221, P264, P273, P280, P301+P310, P321, P330, P370+P378, P391, P405, P501
Natriumcarbonat	165,99	851	1600	Xi	H319	P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313
Natriumhydroxid	40,0	318	1390	C	H314	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Ethanol	46,07	-114	78,2	F	H225	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P303+P361+P353, P370+P378, P403+P235, P501
Salzsäure, >25 %		-70	107	C	H314, H335	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P403+P233, P405, P501

2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

Substanzname	Schutzmaßnah.		Anweisungen zur Ersten Hilfe				Störfallverhalten/ kleine Unfälle
	allgem.	Körper	Haut	Augen	Inhalati.	Verschl	
β-Naphtholorange		BHK				EA	
Sulfanilsäure	ADL	BHK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
β-Naphthol		BHK	WK	W	LA	WEA	WCSchP
Natriumnitrit	TDL	BHK	WK	WA	L	WEKA	
Natriumcarbonat	DT	BK	WK	WA	L	WEA	
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP
Natriumhydroxid	TD	BHK	WFK	WA	LA	WA	CPSch
Salzsäure > 25 %	ADL	BHK	WFK	WA	LA	WA	