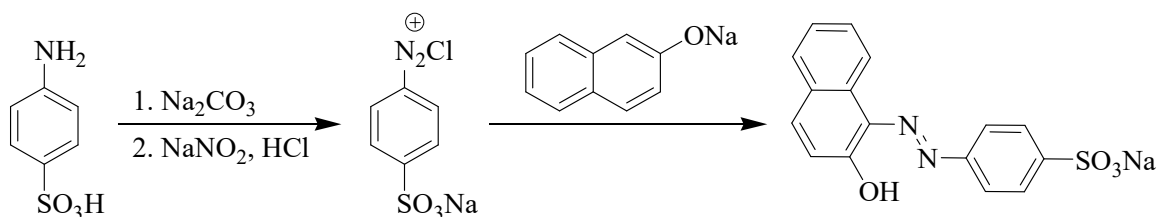


문제 33. 오렌지 산 7 (ACID ORANGE 7)

오렌지 산 7 (오렌지 산 II, 페르시아인 오렌지, 칼라인덱스에는 No. 15510 로 등재됨) 은 매우 유명한 아조 색소(azo-dye)로서 그 상표명이 다양하며 섬유, 음식, 화장품, 기타 산업에서 폭넓게 이용되고 있는데, 이는 diazotized sulphanilic acid 와 2-naphtholate 간의 아조-커플링에 의해 쉽게 합성된다.

**시료 및 기구**

Sulfanylic acid (R36/37/38, R43, S24, S37)

2-Naphthol (R36/37/38, S26, S37)

Sodium carbonate (R36, S2, S22, S26)

Sodium nitrite (R8, R25, R36/37/38, R50, S26, S36, S45, S61)

Sodium hydroxide (R35, S1/2, S26, S37/39, S45)

진한 염산 (R34, R37, S26, S36, S45)

얼음

유리 비이커(150, 200, 500 ml), 온도계, 약순가락, 자석교반기와 열판, 진공여과장치, 건조기

다리아조화 반응 (diazotization)

자석 교반기 위에 놓인 150 ml 유리 비이커에 물 50ml 와 3 g sodium carbonate 를 넣어 수용액을 만든 후, 이 용액에 sulfanylic acid (8.66 g, 0.05 mol) 를 넣어 녹인다. 격렬하게 교반하면서 진한염산 15 ml 를 이 용액에 넣는다. 실온으로 식힌 후, 비이커를 얼음에 담가(혹은 한두 덩이 얼음 조각을 용액에 넣어도 됨) 차갑게 한다. 물 20 ml 에 (3.45 g, 0.05 mol) 를 넣은 용액을 방울방울 비이커에 넣는다 (주의! Nitrogen oxide 가 발생하므로 후드 안에서 실험해야만 함). NaNO₂ 수용액의 첨가 속도는 반응 온도가 0 °C 근처를 정확하게 유지하도록 하는 속도로 조절하면 된다 (주의! 약 2-3° 정도만

온도가 높아져도 부반응이 페놀이 형성되므로 원하지 않는 아조 색소가 생기게 되어 목표화합물의 색깔의 순도를 매우 나쁘게 함). 첨가하는 동안에 흰색의 고체인 디아조늄 염 (diazotized sulfanilate 은 betaine 으로서 총 전하는 0 이므로, 물에 잘 녹지 않음)이 생겨날 수 있다. 디아조커플링(diazocoupling)의 결과는 디아조늄 염이 용액상인지 아니면 현탁액인지에 영향을 받지 않는다.

Nitrite 용액의 첨가가 모두 끝나면, 약 10-15 분간 더 교반한다. (주의! 반응 온도가 주의 깊게 조절되어야 함). 디아조늄 염 용액(혹은 현탁액)은 만들어지면 바로 사용해야 한다.

아조커플링(azocoupling)

5% NaOH 용액 40 ml 에 2-Naphthol (7.21 g, 0.05 mol)을 녹인다. 이 용액을 500 ml 비이커 에 물 100 ml 와 Na_2CO_3 12.5 g 를 넣어 만든 수용액과 섞는다. 이 혼합물은 투명한 용액으로 되어야만 하며, 만일 조금이라고 고체가 생성되거나 현탁해지면 이를 걸러주어야 한다. 얼음을 사용해(얼음용기 + 용액 내 얼음 한두 덩어리) 용액을 0 °C 로 차갑게 한다. 유리봉이나 약손가락으로 격렬하게 저으면서 나프톨레이트(naphtholate) 용액에 디아조늄 염 용액을 천천히 넣는다. 첨가하는 동안에 온도는 8 °C 이하로 유지되어야만 한다. 그 후, 혼합물을 한 시간 동안 자석 교반기 위에서 방치한다. 생성된 색소의 일부는 금판 형태로 침전된다.

한 시간 후, 침전물을 모두 녹이기 위해 용액을 가열하고, 고온 여과(참고: 고온 여과 깔때기가 없으면 이 단계는 생략 함)한 다음에, 고온상태에서 50 g 의 sodium chloride 로 포화시킨다(포화시키는 동안 50°C 이상으로 유지하여야 하므로 비이커를 가열판 위에 놓고 실험 함). 솔팅-아웃(salting-out) 방법으로 생겨난 다이 침전물을 고온용액으로부터 진공여과로 거른다(참조: 온도가 50°C 아래로 떨어지면, 색소와 함께 sodium chloride 가 일부 침전될 수 있음). 걸러진 색소를 건조기에 넣고 CaCl_2 를 사용하여 건조시키면 오렌지색 고체 25 g 이 얻어진다.

색소의 질은 UV/Vis 분광기로 판명될 수 있다, 수용액에서 λ_{max} 487 nm ($\log \epsilon$ 4.87) 이다.

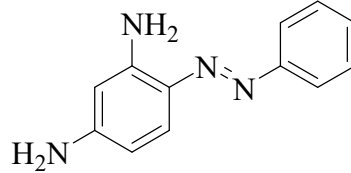
문제

1. *트로펠로인 000* 이라는 이름의 색소는 수용액에서 산-염기 지시약으로 사용된다. 이 색소는 어떤 영역의 pH 에서 색이 변하리라고 예측하는가?

☐ 강산성 (pH<2); ☐ 산성 (pH 2-6.5); ☐ 중성 (pH 6.5-7.5) ☐ 약염기성 (pH 7.5-9); ☐ 강염기성 (pH 9-14).

2. 색의 변화를 나타내는 반응식을 작성하라.

3. *chrysoidine* 색소를 얻을 수 있는 아조커플링 반응식을 작성하라,



4. 이러한 아조커플링을 하려면 어떤 pH 영역을 선택하여야 하는가?

☐ 강염기성, ☐ 약염기성, ☐ 약산성, ☐ 강산성