



PROTOKOLL ORGANISCHE CHEMIE III

Darstellung des Azofarbstoffes Orange II

Teilnehmer:

Roman-Luca Zank

Protokollführer:	Roman-Luca Zank
Datum der Versuchsdurchführung:	22.10.2020
Abgabedatum:	26.10.2020

Merseburg den 26.10.2020

1 Einleitung und Versuchsziel

Im folgenden Versuch wird der Azofarbstoff Orange II hergestellt, gereinigt und charakterisiert. Wesentliche Arbeitsmethoden sind bei diesem Versuch das Rühren mittels Magnetprührwerk, das Filtrieren, sowie das Kühlen im Eisbad. Der hergestellte Farbstoff wird mittels Schmelzpunkt und R_f -Wert auf seine Reinheit geprüft.

Die Reaktionen auf denen die Synthese von Orange II grundsätzlich basiert, sind in Abbildung 1 dargestellt.

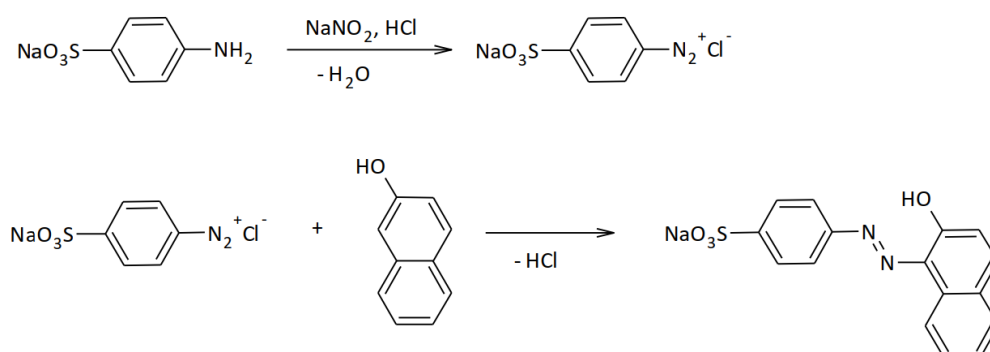


Abb. 1: Reaktionen zur Synthese von Orange II aus Sulfanilsäure

2 Geräte und Chemikalien

Minipage

Geräte:

- Magnetprührer mit Prührfisch
- Bechergläser (100 mL, 400 mL)
- Messzylinder (10 mL, 5 mL)
- Büchnertrichter
- Saugflasche
- Waschflasche
- Filterpapier
- Heizpilz
- Glasstab
- Pipetten
- Schutzhandschuhe
- Filterpapier
- Ultraschallbad
- Löffel und Spatel
- Rundkolben
- Rückflusskühler
- Wasser- und Vakuumschläuche
- Hebebühne
- DC-Platte
- UV-Licht
- Kieselgel (MERCK 60)

Proben/Chemikalien:

- *Ansatz:* 1,3 g bzw. 9 mmol 2-Naphthol
- destilliertes Wasser
- 18 mL 2,5 %ige Natriumcarbonat-Lösung
- 1,7 g Sulfanilsäure
- Eis nach Bedarf
- 0,8 g Natriumnitrit
- 2 mL konzentrierte Salzsäure (genutzt wurde zum Teil 1N-Salzsäure)
- 8 mL 10 %ige Natronlauge
- 5 g Natriumchlorid
- 10 mL 4:1 Wasser-Ethanol-Mischung
- Methanol
- 4:1 Essigsäureethylester-Methanol-Mischung

Geräte/Proben/Chemikalien, die im Versuch aus Zeitgründen nicht genutzt wurden:

- Stoff zum Einfärben (Färbegut)
- 3 % von Färbegut an konzentrierter Schwefelsäure
- 20-40 mal die Masse von Färbegut an Wasser
- 15 % von Färbegut an Natriumsulfat
- 30 %ige Natronlauge
- 8 mL 30 %ige Wasserstoffperoxid
- 3 g Aktivkohle

3 Versuchsdurchführung

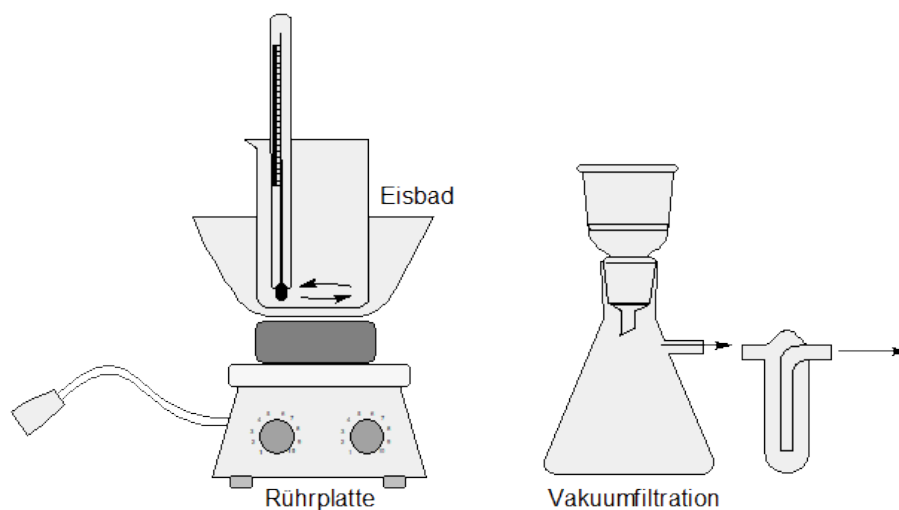


Abb. 2: Allgemeiner Aufbau der Versuchsaapparatur

3.1 Versuchsdurchlauf 1:

Beginnend mit der Einwaage von 1,71 g Sulfanilsäure, in ein 100 mL Becherglas, führte eine Zugabe von 18 mL 2,5 %iger Natriumcarbonat-Lösung zum Aufschäumen im Becherglas. Dabei löste sich die Sulfanilsäure teilweise. Um die Sulfanilsäure vollständig zu lösen wurde ein Ultraschallbad genutzt, um das Salz weiter zu zerkleinern und somit die Löslichkeit zu unterstützen.

Infolgedessen sollte die Lösung in einem Eisbad, unter Rühren mittels Magnetrührer, auf 0 °C gekühlt werden. Da sich mit dem vorhanden Eis die gewünschte Temperatur nicht erreichen ließ, wurde weiteres Eis zugegeben. Da dabei Eis nicht nur in der Eisschale, sondern auch in die Lösung gelangte, musste der Versuch erneut angesetzt werden.

3.2 Versuchsdurchlauf 2:

Durchführung 2:

Der erneute Versuchsdurchlauf beginnt mit der Einwaage von 1,70 g Sulfanilsäure in ein neues 100 mL Becherglas. Es folgt, wie im vorangegangenen Durchlauf, die Zugabe von 18 mL 2,5 %iger Natriumcarbonat-Lösung unter Aufschäumen der Lösung. Wiederholt löst sich die Sulfanilsäure nicht vollständig und es erfolgt ein Ultraschallbad zur Verbesserung der Löslichkeit. Nach dem Lösen der Sulfanilsäure soll diese nun ebenfalls wieder auf 0 °C gekühlt werden und wird unter Rühren in ein Eisbad gegeben. Nach 10 min fällt die Temperatur von 20 °C auf 3 °C. Da sich an dieser Stelle die Temperatur kaum noch zu ändern scheint, wird weiteres Eis zugegeben. Zusätzlich wird Wasser zur Vergrößerung der Kontaktfläche dem Eisbad hinzugefügt.

Da auf diese Weise die Temperatur der Lösung auf 0 °C nicht erreichbar erscheint, wird mithilfe von Natriumchlorid und dem Eisbad, eine Kältemischung hergestellt. Nach weiteren 3 min Wartezeit sind nun die 0 °C der Lösung erreicht worden.

Unter Rühren wurden nun 0,80 g Natriumnitrit der Lösung hinzugegeben, welche sich darauf gelblich färbt. Während die gelbe Lösung nun weitere 5 min rührt, wurde in ein 400 mL Becherglas 9 g Eis mit 2 mL 1N-Salzsäure gegeben. Das 400 mL Becherglas wurde darauf hin, statt der gelben Lösung im Eisbad gerührt und gekühlt. Danach wurde die gelbe Lösung portionsweise zugegeben. Die Temperatur wurde dabei unter 8 °C gehalten. Die Lösung im Becherglas erscheint nun als dunkel-gelb. Es fiel hierbei kein Salz aus, entgegen der Beschreibung in der Versuchsanleitung. Zusätzliche drei Tropfen an konzentrierter Salzsäure trübten die Lösung und es wurde mit der Versuchsdurchführung fortgefahren.

Isolierung und Reinigung 2:

Nach der Einwaage von 1,4 g rosa 2-Naphthol in 8 mL 10 %ige farblosere Natronlauge entsteht eine braune Lösung. Das 2-Naphthol hat sich an dieser Stelle teilweise gelöst und so wurde das 100 mL Becherglas zum vollständigen Lösen in ein Ultraschallbad gestellt.

Die braune Lösung wurde nun mittels Eisbad auf 3 °C gekühlt und danach in die

Diazoniumsalzlösung gegeben. Zudem wurde aufgrund einer Temperatur von 6 °C in der Lösung weiteres Eis in die Eisschale gegeben. Die Lösung färbt sich rot-orange bis dunkelrot. Dabei fällt wider der Erwartung kein Farbstoff aus. Auch eine Zugabe von festem Methylorange als Impfkristall, nach Absprache mit den Versuchsbetreuern, verschaffte kein ausfällen des Farbstoffes.

An dieser Stelle wurde sich entschlossen den Versuch noch einmal zu wiederholen.

3.3 Versuchsdurchlauf 3:

3.3.1 Durchführung 3:

Wie in den vorangegangenen Durchläufen auch, werden zunächst 1,70 g Sulfanilsäure eingewogen. Die Sulfanilsäure, die diesmal benutzt wurde, ist jedoch frisch zur Verfügung gestellt worden. Nach der Zugabe von 18 mL 2,5 %iger Natriumcarbonat-Lösung beginnt die Lösung erneut zu schäumen und die die Sulfanilsäure löst sich nicht vollständig. Unter Hilfenahme des Ultraschallbades löst sich die Sulfanilsäure nun vollständig.

Die Lösung wird nun direkt in einer Eis-Natriumchlorid-Kältemischung auf 0 °C gekühlt. Es erfolgt die Einwaage von 0,81 g Natriumnitrit, welches unter Rühren der Lösung portionsweise zugegeben wird. Die Lösung färbt sich gelb und trübt sich.

Nun wurden 8,97 g Eis eingewogen und zusammen mit 2 mL 1N-Salzsäure gemischt. Die Eis-Säure-Lösung wird nun unter Rühren gekühlt und die gelbe, trübe Lösung hinzugegeben. Die Lösung färbt sich gelb-orange. Es fällt kein Salz aus.

Auf Anraten der Versuchsbetreuer wurde erneut 1 mL 1N-Salzsäure zugegeben und die Lösung färbte sich etwas dunkler. Es wurde die Vermutung nahe gelegt, dass der pH-Wert zu hoch sei und daraufhin weitere 2 mL konzentrierte Salzsäure bei 5 °C zugegeben. Der Verdacht bestätigt sich und es fällt ein gelbes Niederschlag bzw. ein Salz aus. Es stellte sich heraus, dass in der Praktikumsanleitung selbst auch von konzentrierter Salzsäure die Rede ist, jedoch die angegebene Übersicht der Chemikalien, sowie die bereitgestellte Salzsäure im Praktikum lediglich 1N war.

Nach dieser Erkenntnis und dem erfolgreichen Ausfällen des Diazoniumsalzes folgte nun die weitere Versuchsdurchführung.

4 Ergebnisse

5 Fehlerbetrachtung

Beispielfehlerrechnung für den ersten Messwert des rauen Rohres:

Tab. 1: Abweichungen und Messwerte für die Fehlerrechnung

Messgröße	Messwert (1, raues Rohr)	Abweichung
Volumenstrom	$958 \frac{\text{L}}{\text{h}}$	$\pm 2,5\% + MW \approx 6,65 \cdot 10^{-6} \frac{\text{m}^3}{\text{s}}$
Temperatur	$26,5^\circ\text{C}$	$\pm 0,5 \text{ K}$
Druckmessungen	$0,06 \text{ bar}$	$2 \cdot \pm 2 \text{ mmWS} \approx 4079 \text{ Pa}$
Durchmesser	$13,6 \text{ mm}$	± 0
Länge	$2,5 \text{ m}$	± 0

$$\begin{aligned}
 \Delta p_v &= \frac{1}{2} \cdot \frac{l}{d} \cdot \rho(T) \cdot v^2 \\
 \lambda &= \frac{2 \cdot \Delta p_v \cdot d}{l \cdot \rho(T) \cdot v^2} \\
 &= \frac{2 \cdot \Delta p_v \cdot d}{l \cdot \rho(T) \cdot \left(\frac{\dot{V}}{A}\right)^2}
 \end{aligned} \tag{1}$$

Im Weiteren ist die eigentliche Fehlerrechnung für den ersten Messwert, der Messreihe des rauen Rohres, von λ über das totale Differential der Gleichung 1 aufgeführt. Wichtig ist dabei zu erwähnen, dass alle Variablen in SI-Einheiten einzusetzen sind bis auf die Temperatur, welche in $^\circ\text{C}$ eingesetzt wird.

Bildung der Differentiale:

$$\begin{aligned}
 \frac{\partial \lambda}{\partial \Delta p_v} &= \frac{2 \cdot d \cdot A^2}{l \cdot \rho(T) \cdot \dot{V}^2} = \frac{d^5 \cdot \pi^2}{8 \cdot l \cdot \rho(T) \cdot \dot{V}^2} \\
 &= \frac{1250 \cdot d^5 \cdot \pi^2 \cdot [\text{K} \cdot \text{m}^3]}{l \cdot (-2683 \cdot T + 10038000 \cdot [\text{K}]) \cdot \dot{V}^2 \cdot [\text{kg}]}
 \end{aligned} \tag{2}$$

$$\begin{aligned}
 \frac{\partial \lambda}{\partial \dot{V}} &= -\frac{4 \cdot \Delta p_v \cdot d \cdot A^2}{l \cdot \rho(T) \cdot \dot{V}^3} = -\frac{\Delta p_v \cdot d^5 \cdot \pi^2}{4 \cdot l \cdot \rho(T) \cdot \dot{V}^3} \\
 &= -\frac{2500 \cdot \Delta p_v \cdot d^5 \cdot \pi^2 \cdot [\text{K} \cdot \text{m}^3]}{l \cdot (-2683 \cdot T + 10038000 \cdot [\text{K}]) \cdot \dot{V}^3 \cdot [\text{kg}]}
 \end{aligned}$$

$$\frac{\partial \lambda}{\partial T} = \frac{3353750 \cdot \Delta p_v \cdot d^5 \cdot \pi^2 \cdot [\text{K} \cdot \text{m}^3]}{l \cdot (-2683 \cdot T + 10038000 \cdot [\text{K}]) \cdot \dot{V}^2 \cdot [\text{kg}]} \tag{3}$$

Tab. 2: Ergebnisse der einzelnen Differentiale für den Messwert 1 des rauen Rohres

Differenzial	$\frac{\partial \lambda}{\partial \Delta p_v}$	$\frac{\partial \lambda}{\partial \dot{V}}$	$\frac{\partial \lambda}{\partial T}$
	$3,25 \cdot 10^{-6} \frac{\text{m} \cdot \text{s}^2}{\text{kg}}$	$-146,69 \frac{\text{s}}{\text{m}^3}$	$5,25 \cdot 10^{-6} \frac{1}{\text{K}}$

Berechnung des absoluten Fehlers:

$$\begin{aligned}
 \Delta \lambda &= \left| \frac{\partial \lambda}{\partial \Delta p_v} \right| \cdot \Delta p + \left| \frac{\partial \lambda}{\partial \dot{V}} \right| \cdot \Delta \dot{V} + \left| \frac{\partial \lambda}{\partial T} \right| \cdot \Delta T \\
 &= \left| 3,25 \cdot 10^{-6} \frac{\text{m} \cdot \text{s}^2}{\text{kg}} \right| \cdot 4079 \text{ Pa} + \left| -146,69 \frac{\text{s}}{\text{m}^3} \right| \cdot 6,65 \cdot 10^{-6} \frac{\text{m}^3}{\text{s}} \\
 &\quad + \left| 5,25 \cdot 10^{-6} \frac{1}{\text{K}} \right| \cdot 0,5 \text{ K} \\
 &= \underline{0,0142}
 \end{aligned} \tag{4}$$

Berechnung des relativen Fehlers:

$$\begin{aligned}
 \frac{\Delta \lambda}{\lambda} &= \frac{0,0142}{0,0182} \\
 &\approx \underline{\underline{78 \%}}
 \end{aligned} \tag{5}$$

Tab. 3: Absolute und relative Fehler von λ

Messpunkt	Rohrleitungswiderstand	Absoluter Fehler [–]	Relativer Fehler [%]
raues Rohr			
1	0,018	0,0142	78
2	0,020	0,0070	34
3	0,019	0,0041	21
4	0,021	0,0037	18
5	0,020	0,0031	16
glattes Rohr			
1	0,026	0,0035	22
2	0,026	0,0029	19
(3)	(0,020)	(0,0020)	(17)
4	0,025	0,0025	17
5	0,025	0,0022	15
glattes, dickes Rohr			
1	0,031	0,211	68
2	0,029	0,0156	54
3	0,033	0,0126	38
4	0,031	0,0108	35
5	0,031	0,0089	29

6 Diskussion der Ergebnisse

7 Zusammenfassung und Fazit

Literatur

- [1] SPANG, Bernhard: *Water97_v13.xls: Excel Add-In for Properties of Water and Steam*. Version: 2002. http://alexmichinel.com/index.php?p=1_9, Abruf: 09.01.2020

Anhang