

E15 重氮染料之製備

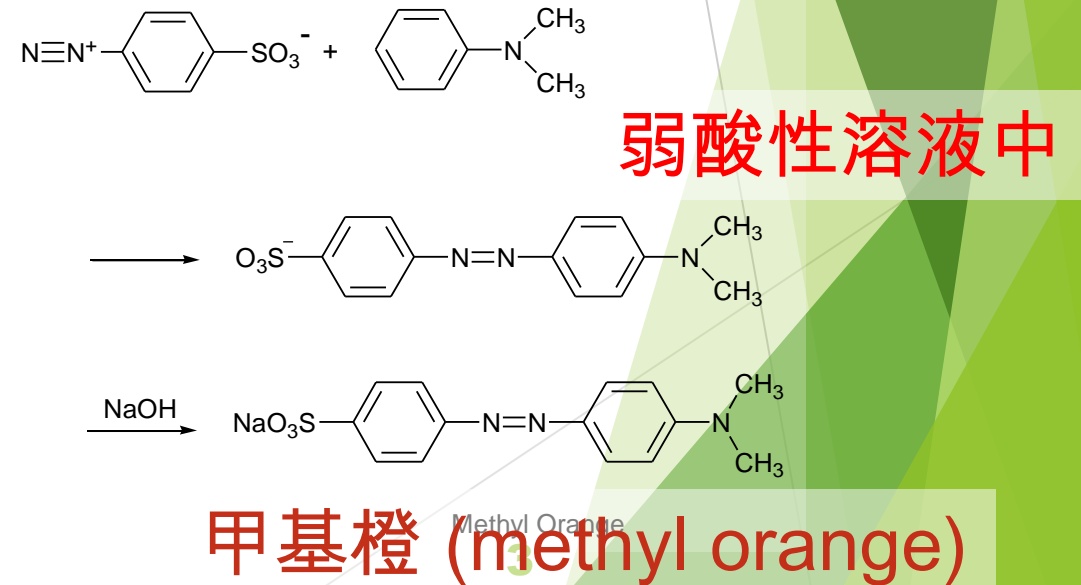
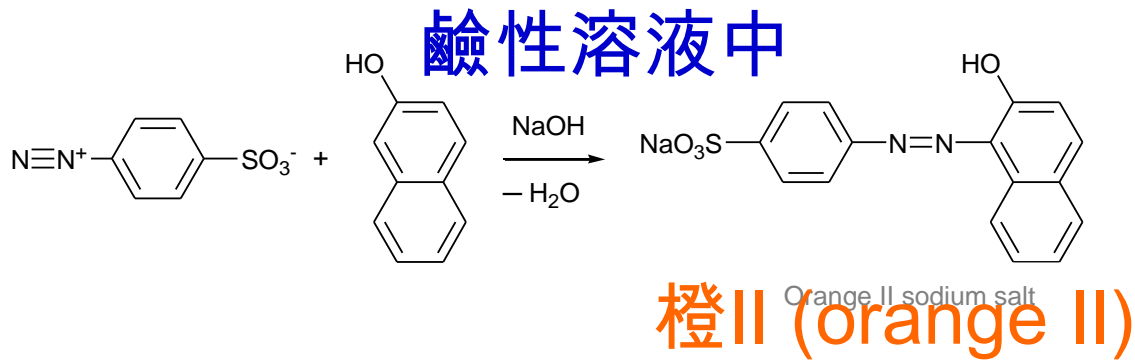
提升效能之個人化流程 (PPAP)

Personal Procedure of Accelerating Performance

- ▶ 建議實驗流程：
配置 1st diazonium salt → 製備 orange II → 過濾 orange II (放著讓它抽) →
配置 2nd diazonium salt → 製備 methyl orange (反應10分鐘) →
刮下 orange II → 過濾 methyl orange → 刮下 methyl orange
- ▶ 25 mL 錐形瓶改用小試管取代。
- ▶ 進行酸鹼性測試的時候，請使用6支大試管和 6支小試管，方便做比色的對照。
- ▶ 在等待反應的時候，可以先去取指示劑測試時所需的藥物。
- ▶ 今天不做再結晶。
- ▶ 今天抽氣過濾請用布氏漏斗。

實驗目的及原理

- ▶ 實驗目的：應用重氮鹽 (diazonium salt) 合成有機染料。
- ▶ 實驗原理：
 - 一級胺與亞硝酸鈉在強酸中作用可生成重氮鹽 (diazonium salt)。
 - 重氮鹽與酚類或芳香胺進行偶合反應 (coupling reactions)。



實驗流程

I. Diazonium salt



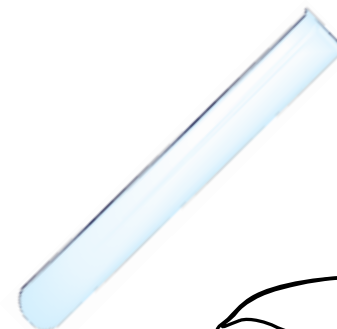
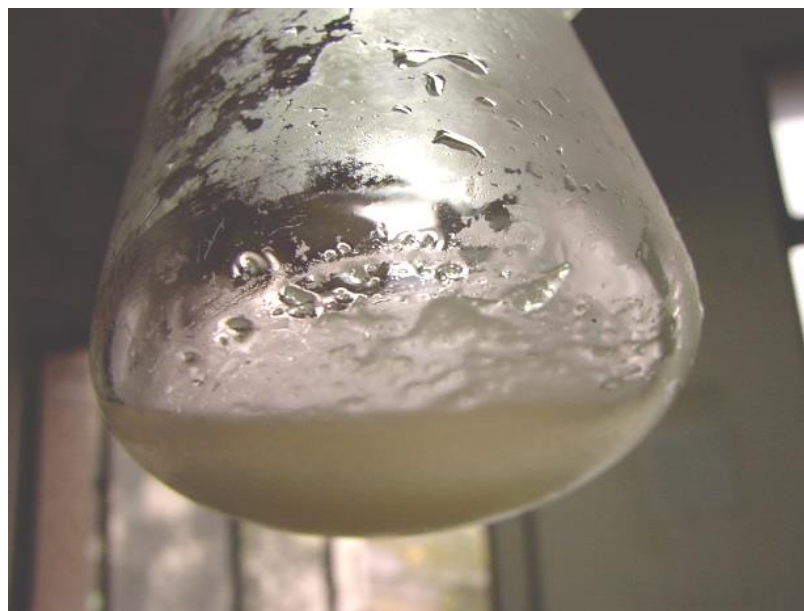
加熱溶解



先冷卻

加入 0.15 g NaNO_2 (s)

4 mL 2.5% Na_2CO_3 (aq)
0.4 g sulfanilic acid



1 ~ 2 mins

2 g ice

0.4 mL H_2SO_4 (conc.)

保持冰浴，不要過濾

不要分裝，配製兩杯

II. Orange II

0.6 g β -naphthol
3.5 mL 10% NaOH_(aq)

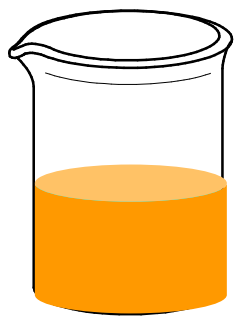


slowly



糊狀 Paste

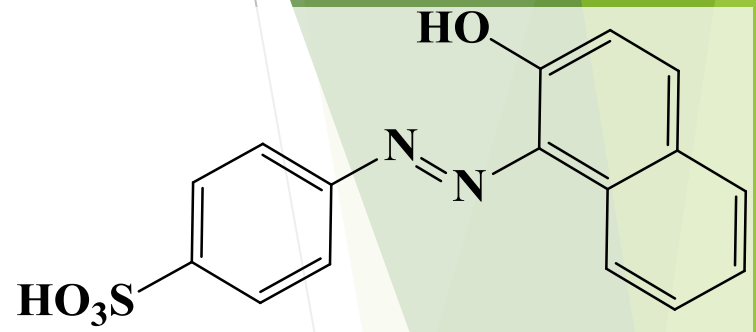
ice bath, stir



1.7 g NaCl_(s)

Δ , stir
固體融解

靜置冷卻



Suction filtration
(Büchner funnel)

III. Methyl orange

0.6 mL
N,N-dimethylaniline
0.4 mL acetic acid

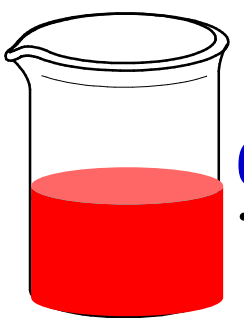


slowly



糊狀 Paste

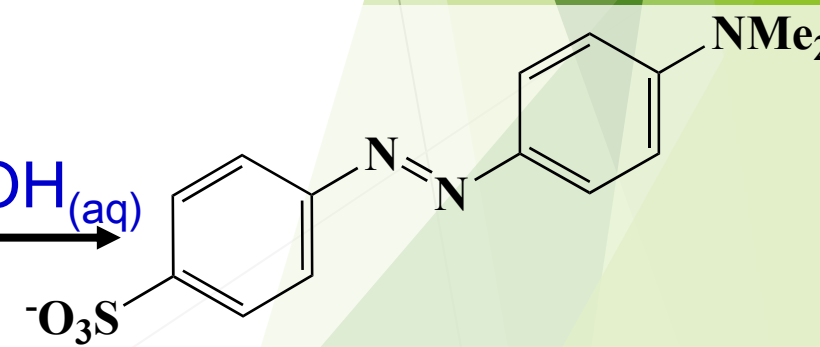
stir 5~10 mins



6 mL 10% NaOH_(aq)

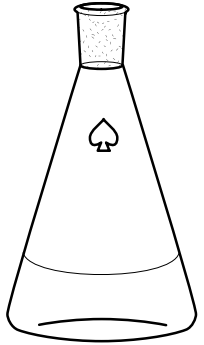
Δ , stir
沸騰

靜置冷卻



5 Suction filtration
(Büchner funnel)

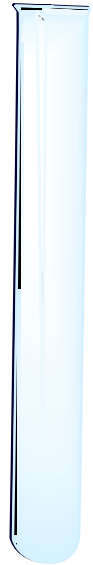
IV. Indicator



0.01 g dye
20 mL water



2.5% Na_2CO_3



5% NaHCO_3



5% AcOH



25% AcOH



5% HCl



2 mL

5% NaOH

(1) test paper

(2) Orange II sol 2 drops

(3) Methyl orange sol 2 drops

注意事項

1. 重氮化的對氨基苯磺酸須保存於冰浴 (0~5°C) 中 (高溫易裂解)。混濁為正常現象，不可過濾。
2. 重氮化的對氨基苯磺酸須分開配兩瓶，不要一次配兩倍再分裝。染料製備時應將萘酚或二甲基苯胺倒入重氮鹽，不可反向。
3. 抽氣過濾收集橙II時，若產物黏稠，可分次過濾。刮取產物時小心不要把濾紙刮破。布氏漏斗、抽氣瓶用完後洗淨繳回。
4. 步驟 (III) 的冰醋酸勿取成步驟 (IV) 的 5%，25% 醋酸溶液。
5. 由於染料顏色很深，少許殘留即有顏色，請徹底清洗布氏漏斗、抽氣瓶、以及緩衝瓶。
6. 廢液倒有機不含鹵，產物以水溶解後倒有機不含鹵。

實驗數據

- ▶ β -naphthol 取量 (g)、orange II之產量 (g)
- ▶ *N,N*-dimethylaniline 之取量 (g)、methyl orange之產量 (g)
- ▶ Orange II, methyl orange product
- ▶ Indicator test tubes

數據分析

結果 & 誤差討論

- ▶ 實驗觀察討論
- ▶ % yield

- ▶ % yield
- ▶ List the indicator test

廢液: 有機不含鹵
產物: 有機不含鹵