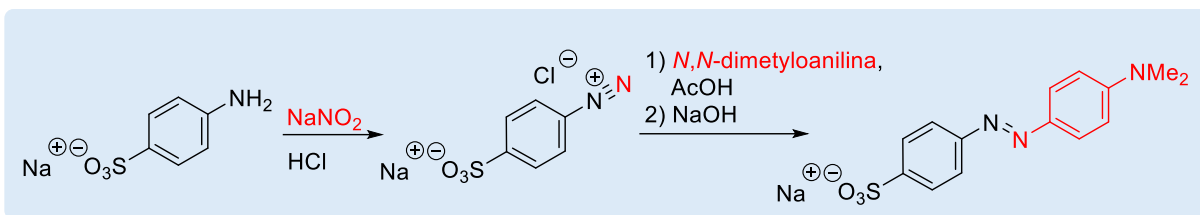


Oranż metylowy



Odczynniki

Kwas sulfanilowy x 2H ₂ O	5,2 g	(0,025 mol, 1 ekw.)
Węglan sodu	1,4 g	(0,013 mol, 0,52 ekw.)
Azotan(III) sodu	1,9 g	(0,028 mol, 1,12 ekw.)
<i>N,N</i> -dimetyloanilina	3,2 mL, 3,0 g	(0,025 mol, 1 ekw.)
Wodorotlenek sodu (20% roztwór)	18 mL	
Kwas solny (stężony)	5,2 mL	
Kwas octowy lodowaty	1,5 mL	

Procedura

W kolbie stożkowej o pojemności 100 mL umieszcza się dwuwodny kwas sulfanilowy (5,2 g), bezwodny węglan sodu (1,4 g) oraz wodę (50 mL) i ogrzewa do uzyskania przezroczystego roztworu. Następnie mieszaninę ochładza się do temp. 15 °C i dodaje wodny roztwór azotanu(III) sodu (1,9 g w 5 mL wody). Otrzymany roztwór przenosi się powoli, mieszając, do zlewki o pojemności 250 mL zawierającej stężony kwas solny (5,2 mL) i pokruszony lód (30 g). Szybkość dodawania należy dopasować tak, by temperatura mieszaniny nie przekroczyła 5 °C. Po 15 minutach sprawdza się papierkiem jodaskrobiowym obecność wolnego kwasu azotowego(III). W zlewce wytrąca się osad sulfonianu benzenodiazoniowego. Do otrzymanej zawiesiny dodaje się energicznie mieszając, schłodzony roztwór *N,N*-dimetyloaniliny (3,2 mL) w lodowatym kwasie octowym (1,5 mL), utrzymując temperaturę mieszaniny reakcyjnej poniżej 10 °C. Mieszaninę pozostawia się na 10 minut, kiedy stopniowo wydziela się kwasowa (czerwona) forma oranżu metylowego. Następnie dodaje się powoli, mieszając, 20% roztwór NaOH (18 mL) uzyskując pomarańczową formę oranżu. Zawartość zlewki ogrzewa się prawie do wrzenia, mieszając bagietką, aż do całkowitego rozpuszczenia osadu, po czym dodaje chlorek sodu (5 g) i ponownie ogrzewa do momentu rozpuszczenia soli. Mieszaninę pozostawia się na 15 minut i schładza w łaźni z lodem. Wykryształizowany osad odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa nasyconym roztworem chlorku sodu i suszy na powietrzu. Produkt krystalizuje się z wody (około 75 mL), gorący roztwór przesącza się przez

Zachowaj szczególną ostrożność podczas przenoszenia i dodawania stężonych kwasów.

Na tym etapie możesz przerwać i kontynuować na kolejnych zajęciach.

ogrzany lejek Büchnera. Po schłodzeniu przesącza, wykrystalizowany produkt odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem i suszy na powietrzu.

Wydajność: 6,5 g (80%)

Postać: pomarańczowoczerwone kryształy

Temperatura topnienia: -

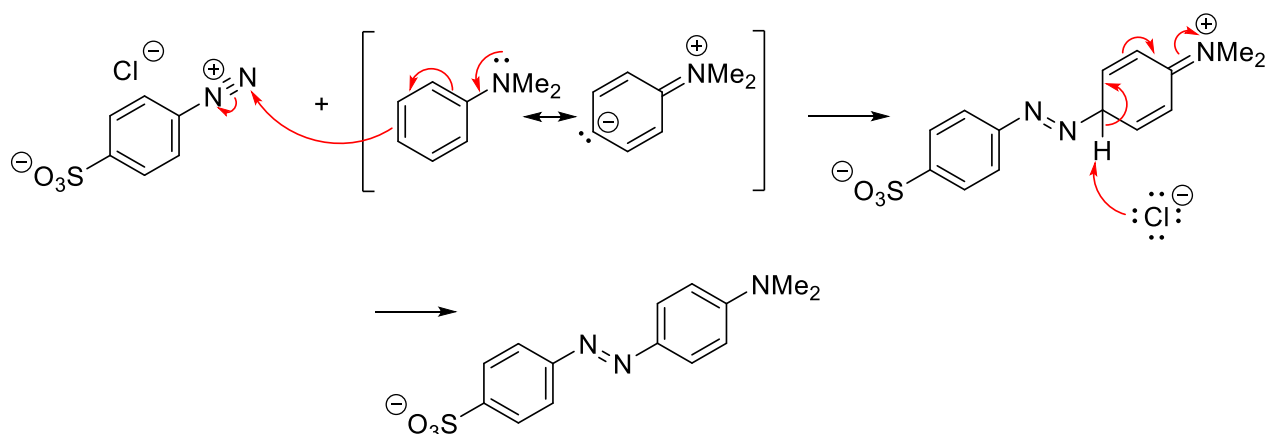
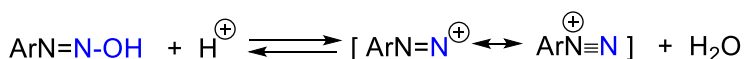
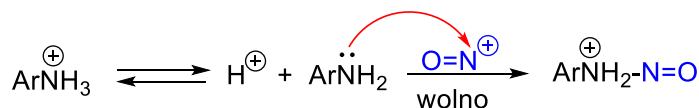
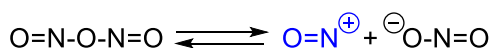
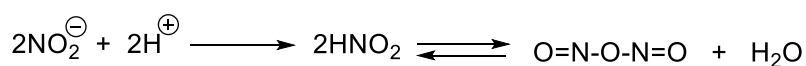
¹H NMR (400 MHz, DMSO-d₆) δ: 7.80 (d, *J* = 9.1 Hz, 2H), 7.72 (s, 4H), 6.84 (d, *J* = 9.2 Hz, 2H), 3.06 (s, 6H).

¹³C NMR (101 MHz, DMSO-d₆) δ: 153.12 (s, 1C), 152.67 (s, 1C), 149.62 (s, 1C), 143.13 (s, 1C), 127.08 (s, 2C), 125.33 (s, 2C), 121.72 (s, 2C), 112.10 (s, 2C), 40.38 (s, 2C).

Piktogramy określające rodzaj zagrożenia na etykietach związków chemicznych

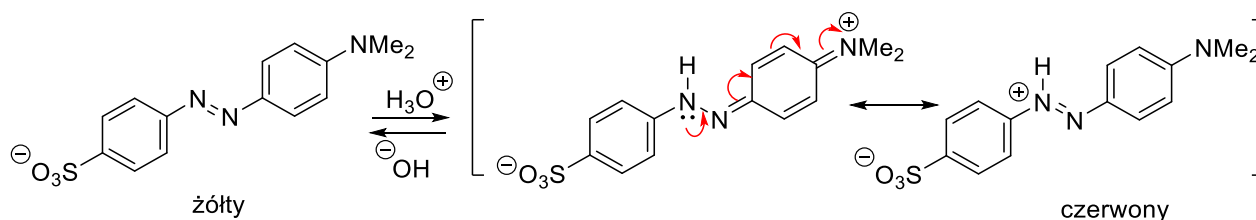
Kwas sulfanilowy	
Węglan sodu	
Azotan(III)sodu	 
<i>N,N</i> -Dimetyloanilina	  
Wodorotlenek sodu	
Kwas solny	 
Kwas octowy lodowaty	 
Oranż metylowy	

Mechanizm reakcji



Informacje dodatkowe

Oranż metylowy należy do grupy azozwiązków, wśród których znaleźć można szereg barwników stosowanych przemysłowo, np. czerwień para. Oranż metylowy stosowany jest najczęściej jako wskaźnik pH w miareczkowaniu alkacymetrycznym oraz jako składnik mieszanin do nasączenia papierków lakmusowych. W przeciwieństwie do innych uniwersalnych wskaźników, oranż metylowy nie ma pełnego spektrum zmian koloru, ale ma ostry punkt końcowy przy pH z zakresu 3,1-4,4. Z tego powodu najczęściej oranż jest stosowany w miareczkowaniu mocnych kwasów. Działanie mocnym kwasem na roztwór oranżu metylowego powoduje powstanie formy czerwonej, właściwie będącej solą wewnętrzną stabilizowaną dzięki delokalizacji elektronów.



Oranż metylowy ma właściwości mutagenne, wynikające z szkodliwego działania wolnych rodników, reaktywnych form tlenu oraz aniliny, które powstają na drodze rozpadu tego barwnika w organizmie. W tego powodu barwnik ten jest zakazany do stosowania w żywności. Niestety, szczególnie w krajach rozwijających się, oranż jest nadal używany do tzw. fałszowania żywności, szczególnie przypraw takich jak szafran lub dodawany jest do gotowych produktów spożywczych, takich jak gotowe przekąski, koktajle z mango, keczupy czy lody.

Literatura uzupełniająca

1. V. Ashok, N. Agrawal, J. Esteve-Romero *et al. Food Anal. Methods* **2017**, 269–276.

Widmo ^1H NMR

