

# EXPERIMENTO No. 5

## OBTENCIÓN DE COLORANTES AZOICOS

### ***ANARANJADO DE METILO Y NARANJA II***

#### OBJETIVOS

---

- a) Enseñar al alumno la técnica de preparación de sales de diazonio, usadas para sintetizar los colorantes azoicos.
- b) Que el alumno compare las condiciones experimentales que favorecen una reacción de copulación, entre sales de diazonio y “aminas o fenoles”.
- c) Comprobar la aplicabilidad de los colorantes azoicos obtenidos efectuando la tinción de fibras naturales.

#### ANTECEDENTES

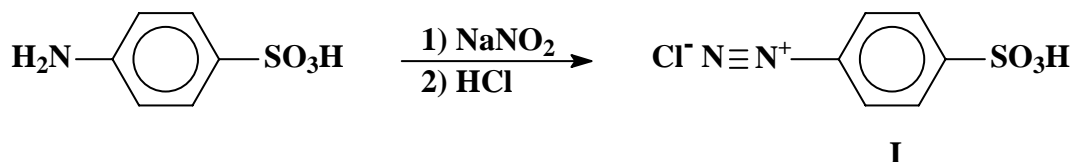
---

- 1.- ¿Cómo se forman las sales de diazonio, y que recomendaciones experimentales se encuentran en la literatura para su preparación?
- 2.- En qué consisten las reacciones de copulación de las sales de diazonio.
- 3.- Con que clase de compuestos puede darse esta reacción y que condiciones experimentales favorecen la copulación con aminas aromáticas y fenoles; busque ejemplos y mecanismos.
- 4.- Que sustituyentes son activantes y directores *orto* y *para* en una reacción de sustitución electrofílica aromática y cuales son sus estructuras resonantes.

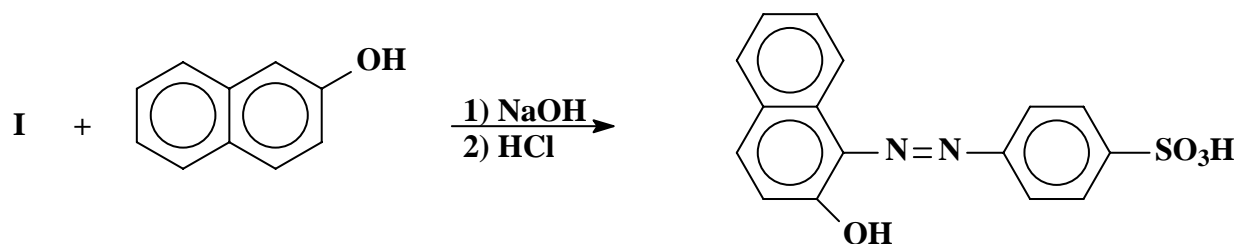
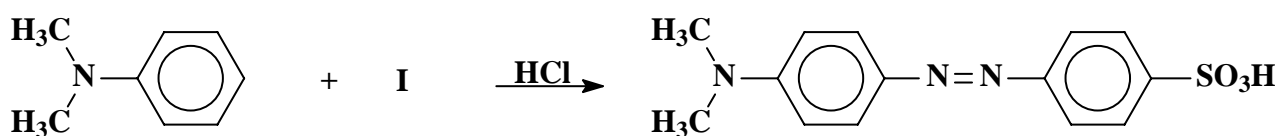
5.- Definición, usos y estructura de algunos colorantes azoicos.

## REACCIONES

### Diazoación:



### Reacciones de Copulación:



## MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Embudo buchner c/alargadera	1
Probeta de 25 mL	1	Kitasato 250 ml c/manguera	1
Pipeta graduada de 5 mL	1	Vaso de precipitados de 125 mL	2
Matraz Erlenmeyer de 125 mL	2	Frasco de cromatografía	1
Mechero con manguera	1	Espátula	1
Tela de asbesto	1	Recipiente de peltre	1
Vidrio de reloj	1	Pipeta graduada de 10 mL	1
Anillo de fierro	1	Pinzas de 3 dedos c/nuez	1
Portaobjetos	1	Termómetro de -10 a 400 °C	1

## REACTIVOS

Carbonato de sodio	0.4 g	Nitrito de sodio	0.4 g
Ácido clorhídrico conc.	2.5 mL	Dimetilanilina	0.6 g

Hidróxido de sodio al 10 %	**	Cloruro de sodio	20 g
Etanol	5 mL	$\beta$ -naftol	0.8 g
Ácido sulfanílico	1.0 g	Nitrito de sodio al 10 %	4 mL

\*\*La cantidad necesaria

## PROCEDIMIENTO

---

### **OBTENCIÓN DEL ANARANJADO DE METILO**

---

#### **Diazoación y copulación con dimetil-anilina**

En un vaso de precipitados de 125 mL, coloque 1 g de ácido sulfanílico, 0.6 ml de dimetil-anilina, 0.5 mL de HCl concentrado, 5 mL de agua destilada y enfríe la mezcla alcanzar una temperatura entre 0 y 5 °C.

Manteniendo la temperatura por debajo de los 5 °C, agregue gota a gota y con agitación constante, 2.5 mL de solución de nitrito de sodio al 20 %, una vez terminada la adición, quite el baño de hielo y agite la mezcla hasta que alcance la temperatura ambiente, y observe que la mezcla adquiere una coloración rojo oscuro. Posteriormente, agregue gota a gota y agitando una solución de sosa al 10 % hasta tener un pH de 10. Si el producto es muy oscuro, puede añadir un poco más de sosa al 10% hasta tener el color característico del producto.

Caliente la mezcla de reacción con agitación constante, y retire el recipiente en el momento en que se inicia la ebullición. Enfríe en un baño de hielo e induzca la cristalización raspando las paredes del vaso. El anaranjado de metilo precipita como la sal sódica del ácido, la cual debe filtrar y lavar con agua helada, seque en desecador o en la estufa y pese para determinar el rendimiento.

### **OBTENCIÓN DE NARANJA II**

---

#### **Diazoación y Copulación con $\beta$ -naftol**

Coloque 0.4 g de carbonato de sodio en un vaso de precipitados de 25 mL y 10 mL de agua. Agregue 1 g de ácido sulfanílico, agite hasta que se disuelva y coloque la solución en baño de hielo con sal. Agregue a esta mezcla de reacción, 10 g de hielo picado, 4 mL de solución de nitrito de

sodio al 10 % y 4 mL de ácido clorhídrico al 20 % v/v. Al cabo de unos minutos se forma la sal de diazonio.

Disuelva en un matraz Erlenmeyer de 125 mL: 0.8 g de beta-naftol en 4 mL de hidróxido de sodio al 10 %, (Nota 1). Enfríe dentro de baño de hielo y sal hasta que la temperatura se encuentre entre 0 y 5 °C; posteriormente, con una agitación constante adicione cuidadosamente la sal de diazonio, y mantenga la mezcla de reacción dentro del baño de hielo con sal. Terminada la adición, deje reposar la mezcla a temperatura ambiente durante 15-20 minutos.

Agregue 4 g de cloruro de sodio, caliente casi a ebullición hasta disolución completa y enfríe en baño de hielo para permitir la cristalización, (Nota 2). Filtre al vacío, lave con 2 ml de etanol frío, y deje secar el producto. Pese el producto obtenido y calcule su rendimiento.

## Cromatoplaca

---

Para determinar la pureza del producto, realice una cromatografía en capa fina usando como eluyente una mezcla de metanol acetato de etilo 40:60, revele con luz UV y marque con lápiz las áreas coloridas que puede ver sin la luz ultravioleta.

## Prueba de Tinción

---

En un matraz o vaso pequeño, coloque 10 mL de solución al 1 % del colorante, agregar cortes pequeños de diferentes telas: algodón, lana o seda, preferentemente blancos, y hierva durante 5 minutos. Al final, los cortes de tela deben lavarse con agua; observe y anote sus resultados.

## NOTAS

---

**Nota 1:** Si es necesario, caliente suavemente para que se disuelva totalmente el  $\beta$ -naftol.

**Nota 2:** Si el producto es muy oscuro, agregue hidróxido de sodio al 10% hasta tener el color anaranjado característico.

## CUESTIONARIO

---

- 1.-¿Cuál es la razón por la que las sales de diazonio aromáticas son relativamente más estables que las sales de diazonio de aminas alifáticas?
- 2.-¿Cómo se evita que se descompongan las sales de diazonio?
- 3.-¿Qué diferencia se requiere en el pH de la mezcla de reacción para que la copulación de las sales diazonio sea óptima con fenoles y con aminas.?
- 4.-¿Qué es un colorante?
- 5.-¿Qué grupos funcionales, en los colorantes sintetizados son los auxocromos, y cual es su función?
- 6.- Actualmente ¿qué uso(s) tienen estos colorantes?
- 7.- ¿En esta práctica, porqué no se le pide que determine los p.f. de los colorantes azoicos obtenidos?
- 8.- Además de ser intermediarios en la síntesis de colorantes, qué otros usos tienen las sales de diazonio?
- 9.- Qué compuestos se obtendrían por reducción de los compuestos azo sintetizados?. Escriba las reacciones.

## BIBLIOGRAFÍA

---

A.I. Vogel,

Elementary Practical Organic Chemistry, Part I: Small Scale Preparations,  
Ed. Longman, London. 2nd. Ed., 1970.

R. Q. Brewster, C. A. Vanderwerf y W. E. Mc Ewen,  
Curso práctico de química orgánica,  
Ed. Alhambra, Madrid , México 2a. ed. 1970.

R. Adams, J. R. Johnson y C.F. Wilcox,  
Laboratory Experiments in Organic Chemistry.  
Collier Mc Millan Ltd. London USA 1970.

R. T. Morrison y R. N. Boyd,  
Química Orgánica,  
Fondo Educativo Interamericano, México 1984.

C.F. Wilcox Jr., M.F. Wilcox,  
Experimental Organic Chemistry. A Small-Scale Approach,  
Ed. Prentice Hall, 2a ed. New Jersey-USA 1995.

L. F. Fieser, K. L. Williamson  
Organic Experiments,  
7<sup>a</sup> ed. Ed. D.C Heath and Company.

