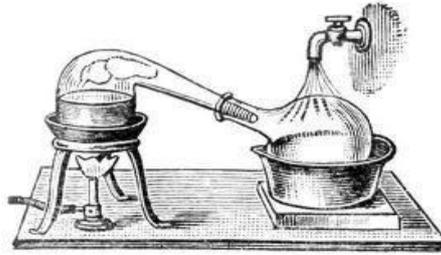


Aqua-regia



labor

Herstellung von Tartrazin(CAS Nr: 1934-21-0)



Eigenschaften des Produktes:

Synonym: 5-hydroxy-1-(4-sulfophenyl)-4-[(4-sulphophenyl)-azo]-pyrazol-3-Carbonsäure-Trinatriumsalz, Hydrazingelb. Es ist ein orangefarbenes, kristallines Salz, in Wasser löst es sich mit roter, in konzentrierter Schwefelsäure mit orangefarbener Farbe. Molekulargewicht: 534,4 g. Es gehört zu der Gruppe der Pyrazolone Farbstoffe, und ist in erster Linie als Lebensmittelfarbstoff (E102) benutzt. Es kommt vor fast in jeder Speise, auch in Arzneimitteln. Seine allergene Wirkung ist bekannt, deshalb ist sein Gebrauch in einzelnen Ländern verboten, aber in den EU-Ländern ist es zur Zeit erlaubt.



Erforderliche Geräte:

Messzylinder, 3 Stück 100 ml Becherglas, Dreifuß, Ceranplatte, Teclubrenner, Tropfröhrchen, universalindikatorpapier, Heizrührer, Magnetrührstäbchen, Stativmaterial, Eisbad, Tropftrichter, Saugflasche, Büchnertrichter, Filterpapier, Reagenzglas.



Erforderliche Chemikalien, Gefahrquellen:



Natriumnitrit



Schwefelsäure 96%, Salzsäure 37%



Resorcin



Phenylhydrazin-p-Sulfonsäure, Sulfanilsäure, Natriumcarbonat Oxalessigsäure-diethylester-Na Salz



Ethanol



Durchführung:

Schritt 1: 1-p-Sulfophenyl-3-methyl-5-pyrazolone:

9,4 g (0,05 M) Phenylhydrazin-p-Sulfonsäure wird in 25 ml heißem Wasser aufgelöst, das wir vorhergehend mit 3 g wasserfreier Soda alkalisiert haben. Nötigenfalls wird die gebildete Lösung heiß filtriert und mit einigen Tropfen dünner Salzsäure exakt neutralisiert.

Zur abgekühlten Lösung wird 10,5 g (0,05 M) Oxalessigsäure-diethylester Natriumsalz langsam gegeben, bei ständigem Rühren. Danach wird das Gemisch auf 100°C erwärmt und bei dieser Temperatur 45 Minuten lang gerührt. Das Reaktionsprodukt wird abgekühlt, während der Umrührung versäuern wir es mit 9 ml konzentrierter Salzsäure. Sich aus der kalten Lösung ausgesonderten Rückstand soll abfiltriert werden, mit kaltem Wasser waschen und trocknen. (blassgelbes Pulver, 12 g 94%)



Neutralisierte Phenylhydrazin-p-Sulphonsäure



Reaktion der Sulphonsäure mit Oxalessigsäureester



Sich gebildete und ausgesonderte Pyrazolonverbindung

Schritt 2: Tartrazin:

6,5 g (0,025 M) 1-p-Sulfophenyl-3-methyl-5-pyrazolone wird in 30 ml, 1,5 g wasserfreies Soda enthaltendem Wasser aufgelöst, zum Gemisch geben wir 7,5 g kristallinem Natriumacetat hinzu, nach der Auflösung des Natriumacetats kühlen wir es auf 0°C ab, und gießen wir es in die eiskalte, 0,025 mol diazotierte Sulphanilsäure¹ zu und rühren es bei 0°C 4-6 Stunden lang. Vom vollständigen Vorgehen der Kupplung können wir uns überzeugen, wenn wir aus dem Gemisch stammende Muster in einer alkoholischen Resorzinlösung tröpfeln. Wenn es sich keine rote Färbung entsteht, die Kupplung ist vorgegangen.

Danach wird die Lösung aufgekocht, 25 g Kochsalz in der Lösung aufgelöst, und auf Eis abgekühlt. Das sich ausgesonderte Tartrazin wird filtriert, mit etwas eisigem Wasser abgespült und im Exsikkator getrocknet.



Getrocknete 1-p-Sulphophenyl-3-methyl-5-pyrazolone



Diazotierung von Sulphanilsäure



Der Kupplungsprozess im Eisbad



Auskrystallisierung von Tartrazin



Getrocknetes Endprodukt: Tartrazin



Wässriger und Schwefelsauriger Lösung von Tartrazin



Reinigung:

Nötigenfalls kristallisieren wir es aus kochendem Wasser um.



Wichtige Bemerkungen:

1. Diazotierung von Sulphanilsäure: wird 17,3 g (0,1M) Sulphanilsäure in 100 ml Wasser aufgelöst, danach 5,5g wasserfreies Soda und 25 ml konzentrierte Salzsäure hinzugegeben, und diazotieren wir es unter 15°C mit 35 ml 20% NaNO_2 -Lösung. Nach dem Hineintragen wird es noch 10 Minuten lang gerührt. Mit der Einhaltung des Verhältnisse können wir mehr/weniger als 0,1M Sulphanilsäure diazotieren. Achten wir darauf, dass die diazotierte Sulphanilsäure – in getrocknetem Stand explodiert, deshalb sollen wir ihre Lösung oder das nasse Produkt in den Kupplungsreaktionen benutzen!



Entsorgung:

Den gebildeten Abfall sollen wir im halogenfreien organischen Behälter sammeln.



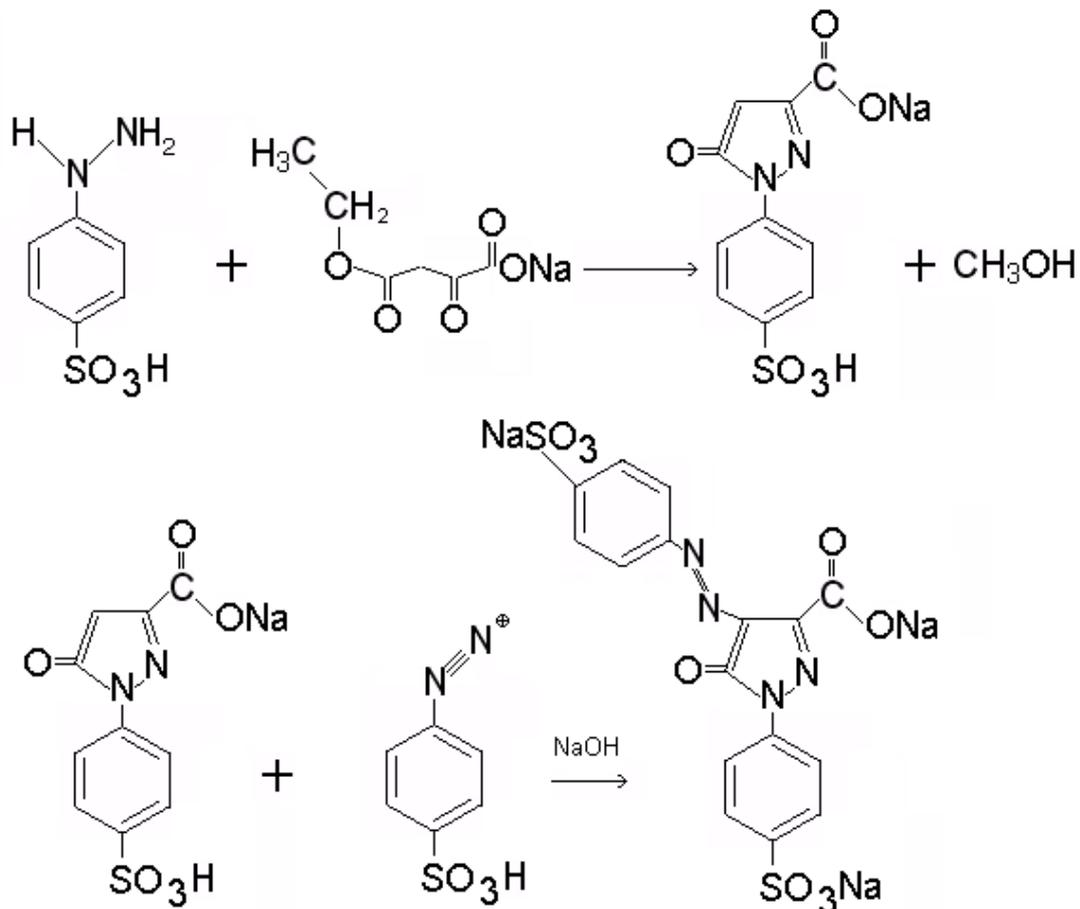
Erfahrungen, Ergebnisse, Erklärungen:

Die Ausbeute vom 1-p-Sulphophenyl-3-methyl-5-pyrazolone: ist 6,38 g (83%). Das pulverisierte Produkt ist blassgelb. Während der Kupplung wird das Gemisch gelb, dann rot. Die Ausbeute vom Tartrazin ist 7,74 g (58%).

Die Synthese des Produktes wird in zwei Schritten verwirklicht:

Im ersten Schritt stellen wir 1-p-Sulfophenyl-3-methyl-5-pyrazolone: mit dem Na-Salz von Phenylhydrazin-p-Sulfonsäure und Oxalessigsäure-diethylester her.

Im zweiten Schritt kuppeln wir die erhaltene Pirazolonverbindung mit diazotierter Sulphanilsäure an:



Literatur:

<http://de.wikipedia.org/wiki/Tartrazin>

<http://hu.wikipedia.org/wiki/Tartrazin>

<https://sciencemadness.org/talk/viewthread.php?tid=11276&page=1#pid138009>

Hans Eduard Fiers-David-Louis Blangey: Fundamental Process of Dye Chemistry 1949 New York (Seite 129)



Zeitaufwand:

4. Juni 2009 . Benötigte Zeit: 5,5 Stunden.