



Methyl Orange의 제조와 염색

I. 시약 및 기구

1. 시약

: Na_2CO_3 , Sulfanilic acid, NaNO_2 , HCl, N,N-Dimethylaniline, glacial Acetic acid, NaOH, NaCl, $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, H_2SO_4 , 증류수

2. 기구

: 100ml 삼각플라스크 3개, 100ml 비커 1개, 250ml 비커 2개, 500ml 비커 1개, 피펫, 유리막대, Glass Filter, ice-bath, Hot plate & stirr, pH paper, 거즈, 마그네틱바, 거름종이, 스포이드, 스포이드고무

II. 실험방법

- 100ml의 삼각 플라스크에 1.1g(10.4mmol)의 Na_2CO_3 를 50ml 증류수에 녹이고 무수 Sulfanilic acid 3.6g(20.8mmol)을 가한 다음 다 녹을 때 까지 가열한다.
- 상온까지 식힌 후 NaNO_2 1.5g(21.7mmol)을 넣어 녹을 때 까지 저어준다.
- 25ml의 얼음물과 5ml의 HCl이 든 250ml 비이커에 2)의 용액을 저어주면서 넣어라.
→ 곧 흰색의 미세한 침전이 형성된다.
- 50ml 삼각플라스크에 27ml(21.4mmol)의 N,N-Dimethylaniline과 glacial Acetic acid 2ml(34.8mmol)를 넣는다.
- 3)의 비커에 4)용액을 붓고 유리막대로 세게 저어준다.
→ 곧 붉은 색의 Helianthin 형성
- Coupling이 완결되도록 혼합용액을 15분 정도 얼음물 속에 담궈 놓은 다음 계속 저어준다.
- 10% NaOH 30ml을 더하고 천천히 저어주면서 계속 얼음물 속에서 식혀준다.
- pH paper를 사용하여 염기성이 되었는지 확인한다.
→ 확인방법 : 약수저로 조금 덜어내 methyl orange를 증류수에 녹인 다음 pH paper 확인
- 염기성이 확인 되었으면 혼합물을 10-15분 끓여준다.
- 모든 혼합물이 다 녹은 것 같으면 10g NaCl을 넣고 얼음물에서 다시 냉각한다.
- 용액이 완전히 냉각되고 침전이 모두 이루어졌다고 판단되면 감압여과를 한다.
- 비커에 남아있는 화합물은 차가운 sat. NaCl 용액으로 씻고 glass filter위의 화합물도 sat. NaCl 용액으로 씻어준다.
- 정제하기 위해 이 고체를 150ml의 끓는 물이 든 비커에 넣고 유리막대로 천천히 저어주면서 몇 분간 끓여준다.
- 실온까지 식힌 후 다시 얼음물에 냉각시켜 결정화 하고 감압여과한다.
- 자연 건조 시킨 후 수득률 계산
- 15% Na_2SO_4 ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 를 사용하여 만듦) 12ml에 sulfuric acid를 7방울 정도 떨어뜨리고 증류수를 첨가하여 300ml 수용액을 만든다.
- 16)의 용액을 끓는점까지 가열한 뒤 거즈를 5-10분동안 담근다.
- 섬유를 꺼내 물로 잘 씻은 후 결과를 관찰한다.