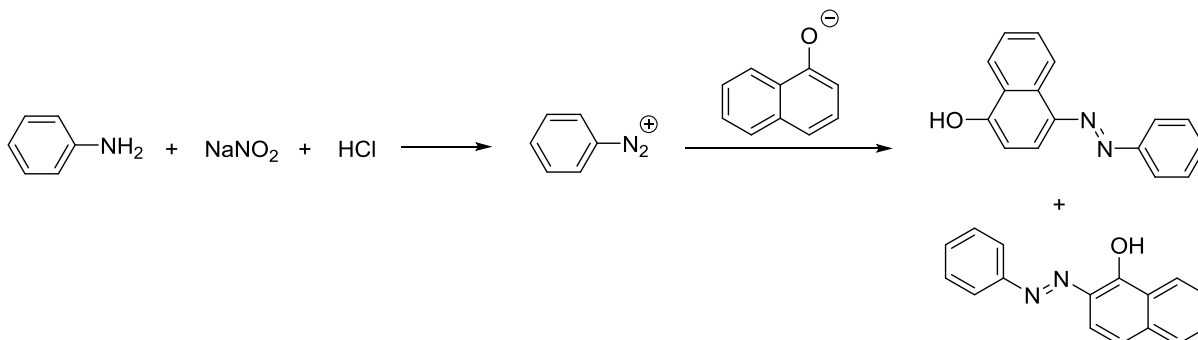


Azokopulace

Příprava 4-fenylazo-1-naftolu



Sloučenina	M [g/mol]	b.v.[°C]	ρ[g/cm ³]	m [g]	n[mmol]
Anilin	93,1	184	1,022	5,6	60
Dusitan sodný	69,0	-	2,15	4,2	60
1-Naftol	144,2	280	1,10	8,6	60
Hydroxid sodný	40,0	-	2,12	2,4	60

Do 300ml kádinky se předloží 1-naftol (8,6 g) a 25 ml 10% hydroxidu sodného. Směsí se míchá do rozpuštění. Mezitím se připraví roztok diazoniové soli tak, že se ve 150ml kádince rozpustí anilin (5,6 ml) ve 20 ml 35% kyseliny chlorovodíkové a 75 g ledu a ke vzniklému roztoku se přidává roztok dusitanu sodného (4,2 g) v 10 ml vody. Konec diazotace se určí pomocí kaliumjodidškrobového papírku. K alkalickému roztoku 1-naftolu se přidá 50 g ledu a začne se za míchání přidávat diazoniová sůl (teplota se udržuje pod 10 °C). Přidávání diazoniové soli trvá asi 10 minut, pak se ještě 30 min míchá při 10 °C a ponechá se stát 30 min. při laboratorní teplotě. Pevný produkt se odsaje, promyje ethanolom a vysuší ve vakuové sušárně. Výtěžek surového produktu je cca 10 g. Zastoupení jednotlivých izomerů se určí pomocí UV-Vis spektroskopie s využitím kalibrační řady.

Příprava kalibrační řady:

1. Připraví se standardní roztoky 4-fenylazo-1-naftolu a 2-fenylazo-1-naftolu o koncentraci 0,01 M ve 25 ml odměrné baňce.
2. Z těchto roztoků se připraví kalibrační řada s poměry 4-derivát vs. 2-derivát:

0 ml / 5 ml; 1ml / 4 ml; 2 ml / 3 ml; 2,5 ml / 2,5 ml; 3 ml / 2 ml; 4 ml / 1ml a 5 ml / 0ml. Doplní se vodou do 25 ml odměrné baňky.

3. Změří se UV-Vis spektrum jednotlivých roztoků kalibrační řady.
 4. Připraví se roztok připravené sloučeniny o koncentraci 0,01M. Pak se odpipetuje 5 ml tohoto roztoku a naředí do 25 ml odměrné baňky.
 5. Změří se Uv-Vis spektrum. Na základě porovnání absorbancí v kalibrační řadě při vhodné vlnové délce se stanoví zastoupení jednotlivých izomerů.
- .