

Experimentieranleitung für die Oberstufe



Synthese von und färben mit Indigo



Name:

Datum:

Willkommen im Merck-TU Darmstadt-Juniorlabor

Das Thema, mit dem wir uns heute beschäftigen heißt:

Synthese von und färben mit Indigo

Inhaltsübersicht

<u>Allgemeine Laborregeln</u> : Sicheres Arbeiten im Labor	3
<u>Einleitung</u>	4
<u>Versuch 1</u> : Synthese von Indigo	7
<u>Versuch 2</u> : Färben eines Seidentuchs mit Indigo	11
• Fragen zum Versuch	

Allgemeine Laborregeln

Sicheres Arbeiten im Labor

1. Im Labor müssen Schutzbrille und Kittel getragen werden!
2. Im Labor darf weder gegessen noch getrunken werden!
3. Jeder Hautkontakt mit Chemikalien ist zu vermeiden!
4. Das Labor darf nur mit festem Schuhwerk und langer Beinkleidung betreten werden.
5. Lange Haare sollten zusammengebunden werden.
6. Jacken und Taschen dürfen nicht ins Labor mitgenommen werden!
7. Im Labor müssen alle Gefäße in denen Chemikalien sind beschriftet werden.
8. Lesen Sie vor jedem Experiment genau die Versuchsanleitung.
9. Fragen Sie bei Problemen die Betreuer*innen.
10. Lassen Sie den Versuchsaufbau stets von einem/r Betreuer*in kontrollieren!
11. Lesen Sie die Beschriftung von Chemikalien genau, bevor Sie sie verwenden.
12. Gehen Sie sorgfältig und sachgerecht mit allen Laborgeräten um!
13. Abfälle dürfen nicht ohne Erlaubnis in den Ausguss entsorgt werden. In der Regel stehen Kanister zur Entsorgung bereit. Achten Sie auf die Anweisungen zur Entsorgung von Chemikalienabfällen. Fragen Sie auch hier im Zweifel immer einen Betreuer.
14. Halten Sie die Laborräume sauber!
15. Wenn Sie beim Experimentieren mit Chemikalien in Kontakt gekommen sind, waschen Sie die Hautstelle sofort ab!
16. Chemikalien darf man nicht probieren.
17. Prüfen Sie den Geruch einer Chemikalie stets durch Zufächeln!
18. Waschen Sie sich beim Verlassen des Labors unbedingt die Hände!

Einleitung:

Indigo

Indigo ist ein tiefblauer Farbstoff, den die meisten Menschen heutzutage wohl als das Blau von Jeans kennen. Indigo kann aus der indischen Indigopflanze (*Indigofera tinctoria*) oder dem seit der Antike in Europa heimischen Färberwaid (*Isatis tinctoria*) gewonnen werden.

Bereits in der Antike nutzte man den Farbstoff aus pflanzlichen Quellen. Im Mittelalter war in Europa außer Indigo kein blauer Farbstoff bekannt. Färberwaid wurde gezielt angebaut, in Deutschland vor allem in Thüringen in der Gegend um Erfurt. Die Gewinnung war mühsam, wobei 300 kg Pflanzenmaterial etwa 1 bis 1,5 kg Indigo lieferten. Im Vergleich dazu konnte aus der indischen Indigofera-Pflanze die dreißigfache Farbstoffmenge gewonnen werden, so dass der Anbau in Europa im 17. Jahrhundert unrentabel wurde.

Die Pflanzen enthalten kein Indigo, sondern Indican, das zunächst durch Gärung in Indoxyl umgewandelt werden muss. Durch anschließende Oxidation an der Luft entsteht aus dem gelben Indoxyl der blaue Indigo.

Die fortwährende Bedeutung von Indigo ist sicherlich auch Levi Strauss zu verdanken. 1849 brach in den USA der große Goldrausch aus. Auch der Jahre zuvor aus Deutschland ausgewanderte Stoffhändler Strauss folgte dem Goldrausch nach San Francisco. Dort erkannte er den Bedarf an strapazierfähiger Arbeitskleidung für die Goldsucher und fertigte die ersten Bluejeans. Beim Material fiel seine Wahl schließlich auf mit Indigo blau gefärbte Baumwolle. Aus der einstigen Arbeitskleidung wurde über die Jahre ein Modetrend. Bluejeans erfreuen sich bis heute großer Beliebtheit.



Abbildung 1. Eine Indigopflanze



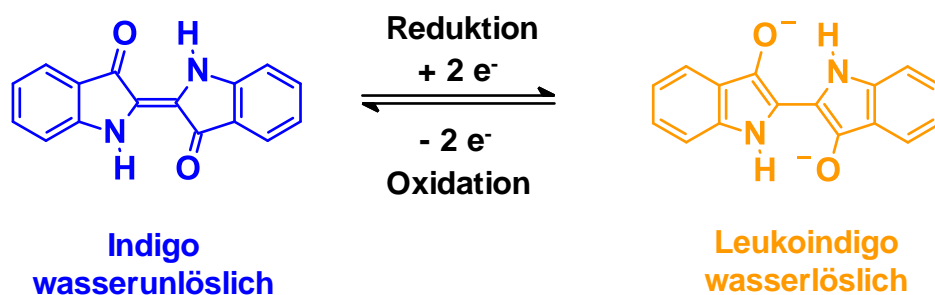
Abbildung 2: Färberwaid

Indigo-Synthese

1878 gelang dem deutschen Chemiker Adolf von Baeyer erstmals die Herstellung von Indigo im Labor. In der Folge verdrängte die synthetische Herstellung von Indigo völlig die mühsame Gewinnung aus Pflanzenmaterial. Fortan war man nicht mehr von Ernte abhängig. Zu den Vorteilen der synthetischen Indigogewinnung zählen zudem auch die leichtere Dosierung, farbkraftigere Ergebnisse und gleichbleibende Farbqualität.

Färben mit Indigo

Indigo kann in zwei Formen vorliegen. In seiner blauen Form ist es wasserunlöslich. Versetzt man den Farbstoff in Gegenwart einer Base nun mit einem Reduktionsmittel, erhält man das orangefarbene Leukoindigo („Indigoweiß“, leuko = weiß). Die Leukoform ist im Gegensatz zur blauen Form wasserlöslich. Bereits an der Luft bildet sich durch Oxidation der Leukoform mit Luftsauerstoff wieder das blaue, unlösliche Indigo.



Dieser Zusammenhang wird für den Färbeprozess ausgenutzt. Da man das unlösliche blaue Indigo nur schwer gleichmäßig auf Fasern aufbringen kann, überführt man es zunächst in das wasserlösliche Leukoindigo. Dafür verwendet man das Reduktionsmittel Natriumdithionit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$). Der Stoff wird nun in der Lösung der Leukoform getränkt. Schließlich bringt man den Stoff in Kontakt mit dem Luftsauerstoff, der eine langsame Oxidation zum blauen Indigo bewirkt. Nach vollständiger Oxidation ist der Farbstoff auch in der Waschmaschine stabil. Einmal auf eine Faser (z. B. Baumwolle) aufgebracht, kann der Farbstoff nur durch mechanischen Abrieb entfernt werden (z. B. Gebrauchsspuren oder gezieltes Waschen mit Sand für stone-washed Jeans).

Prinzip des Färbens - Küpenfärberei

Das hier verwendete Prinzip des Färbens ist die sogenannte *Küpenfärberei*. Die Farbstoffe werden unter Anwendung von Reduktionsmitteln in wasserlösliche,






Synthese von und färben mit Indigo

andersfarbige *Leukoverbindungen* überführt. Dieser Vorgang ist das sogenannte „*Verküpen*“. Die wässrigen Lösungen der in der reduzierten Form vorliegenden Farbstoffe werden als *Küpe* bezeichnet. Im einfachsten Fall werden die Textilien einfach in die *Küpe* getaucht, ausgewrungen und schließlich der Luft ausgesetzt. Der Luftsauerstoff oxidiert die (lösliche) Leukoverbindung wieder zum ursprünglichen (wasserunlöslichen) Farbstoff, der nun fest an der Faser haftet. Anstelle von Luftsauerstoff können auch andere milde Oxidationsmittel eingesetzt werden, unter der Voraussetzung, dass sie die Faser nicht schädigen. Die Färbungen zeichnen sich durch Farbechtheit, gute Haftung auf der Faser und Stabilität an der Luft aus.





Versuch 1:

Indigosynthese

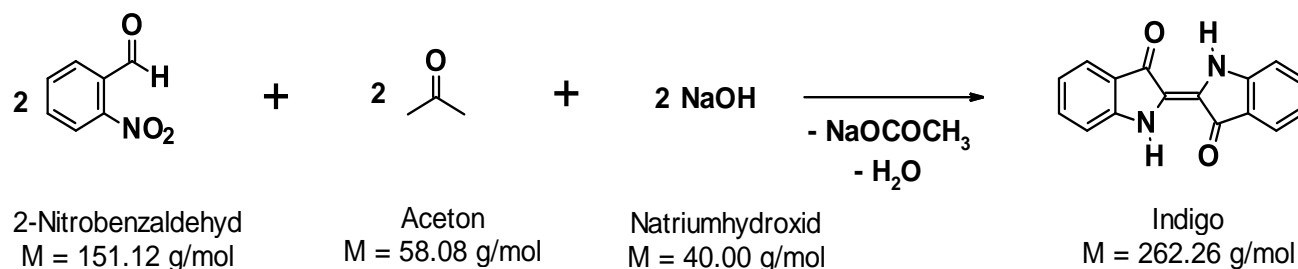
Chemikalien:

Gefahrstoffe		
Stoff	H- und P-Sätze	GHS-Symbol (Signalwort)
2-Nitrobenzaldehyd	<p>H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken. H315: Verursacht Hautreizungen. H319: Verursacht schwere Augenreizung. H335: Kann die Atemwege reizen. P261: Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol vermeiden. P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.</p>	 (Achtung)
Aceton	<p>H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar. H319: Verursacht schwere Augenreizung. H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen. EUH066: Wiederholter Kontakt kann zu spröder oder rissiger Haut führen. P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen. P240: Behälter und zu befüllende Anlage erden. P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. P403+P233: An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Behälter dicht verschlossen halten.</p>	 (Gefahr)
Natronlauge (2 M)	<p>H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein. H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden. P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. P301+P330+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen. P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. P308+P310: BEI Exposition oder falls betroffen: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.</p>	 (Gefahr)
Ethanol	<p>H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar. H319: Verursacht schwere Augenreizung P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen. P240: Behälter und zu befüllende Anlage erden. P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. P403+P233: An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Behälter dicht verschlossen halten.</p>	 (Gefahr)
tert-Butylmethylether	<p>H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar. H315: Verursacht Hautreizungen. P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen. P233: Behälter dicht verschlossen halten. P240: Behälter und zu befüllende Anlage erden. P302+P352: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen. P403+P235: An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Kühl halten.</p>	 (Gefahr)

Synthese von und färben mit Indigo

Indigo ¹	<p>H373: Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition. Betroffene Organe: Blut, blutbildendes System</p> <p>P260: Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen.</p> <p>P314: Bei Unwohlsein ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.</p> <p>P501: Entsorgung des Inhalts / des Behälters gemäß den örtlichen / regionalen / nationalen / internationalen Vorschriften.</p>	 (Gefahr)			
Maßnahmen/Gebote					
Schutzbrille tragen!		Kein offenes Feuer/keine Zündquellen!		Schutzhandschuhe tragen!	

Reaktionsgleichung:

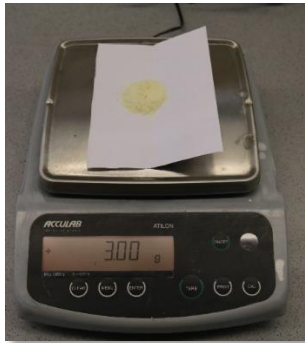


¹ GESTIS-Hinweis: Reines Indigo ist kennzeichnungsfrei. Die Einstufung basiert auf einer synthesebedingten Verunreinigung von 0,2% ≤ C < 1% Anilin. Dieser Anilin-Anteil ist vom Indigo ummantelt und wird beim Verküpen des Indigo-Farbstoffes wieder freigesetzt.

Synthese von und färben mit Indigo

Durchführung

- Wiege 3 g 2-Nitrobenzaldehyd mithilfe von einem Stück Papier auf einer Waage ab.
- Gib 30 mL Aceton in ein 150 ml-Becherglas.
- Das Becherglas mit einem Magnetrührkern (Rührfisch) auf einem Heizrührer stellen und gib unter Rühren das 2-Nitrobenzaldehyd zu und löse es.



- Versetze anschließend die Lösung mit 15 ml destilliertem Wasser.
- Füge dann 6 ml 2 M NaOH-Lösung hinzu. Verwende dafür die lilafarbenen Eppendorfpipette mit Pipettenspitze. (2 x 3 mL)
- **Achtung exotherm!** Erwärme ggfs. weiter auf ca. 50°C, bis auf der dunkelbraunen Lösung ein tiefblauer Feststoff schwimmt.
- Dieser Feststoff ist das Reaktionsprodukt.



- Sauge den Feststoff über eine Nutsche (Büchner-Trichter) ab.
- Wasche den Rückstand nacheinander mit:
 - a) ca. 15 ml Wasser, b) ca. 15 ml Ethanol und c) ca. 15 ml *tert*-Butylmethylether



Aufgaben

1) Bestimme die Ausbeute an Indigo:

- Wiege ein leeres 100 mL-Becherglas und notiere das Leergewicht (A).
- Überführe das Produkt aus dem Büchnertrichter in dein zuvor abgewogenes 100 ml-Becherglas und wiege das Becherglas erneut (B).

(B) _____ minus (A) _____ = Masse des hergestellten Indigos: _____

2) Notiere deine Beobachtungen während des Versuchs:

a) Welche Farbe hat die Lösung von 2-Nitrobenzaldehyd in Aceton?

.....
.....

b) Was passiert bei der Zugabe der Natronlauge (Farbe? Temperatur?)

.....
.....

c) Wie sieht das Produkt aus?

.....
.....

d) Ist das Produkt wasserlöslich?

.....
.....



Entsorgung: Alle Flüssigkeiten werden in den

Lösungsmittelabfallkanister entsorgt.







**Feststoffe und Filterpapier, benutzte Handschuhe und
Papiertücher werden in den Feststoffabfall entsorgt.**

Versuch 2:

Färben eines Seidentuchs mit Indigo

Dieser Versuch wird in Zweier- oder Dreiergruppen durchgeführt.

Chemikalien:

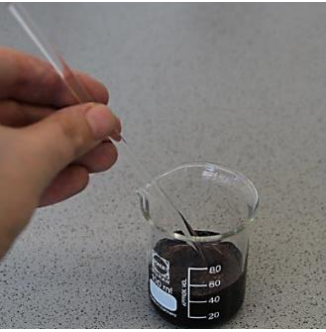



Gefahrstoffe			
Stoff	H- und P-Sätze		GHS-Symbol (Signalwort)
Indigo ²	H373: Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition. ----- Betroffene Organe: Blut, blutbildendes System P260: Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen. P314: Bei Unwohlsein ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen. P501: Entsorgung des Inhalts / des Behälters gemäß den örtlichen / regionalen / nationalen / internationalen Vorschriften.		 (Gefahr)
Natriumdi thionit	H251: Selbsterhitzungsfähig; kann in Brand geraten. H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken. EUH031: Entwickelt bei Berührung mit Säure giftige Gase. P235+P410: Kühl halten. Vor Sonnenbestrahlung schützen.		 (Gefahr)
Natronlau ge (2 M)	H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein. H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden. P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. P301+P330+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen. P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. P308+P310: BEI Exposition oder falls betroffen: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.		 (Gefahr)
Maßnahmen/Gebote			
	Schutzbrille tragen!		Schutzhandschuhe tragen!
			Kein offenes Feuer/keine Zündquellen!

² GESTIS-Hinweis: Reines Indigo ist kennzeichnungsfrei. Die Einstufung basiert auf einer synthesebedingten Verunreinigung von 0,2% ≤ C < 1% Anilin. Dieser Anilin-Anteil ist vom Indigo ummantelt und wird beim Verküpen des Indigo-Farbstoffes wieder freigesetzt.

Geräte

100 ml-Bechergläser (2 x), 1000 ml-Becherglas, Messzylinder (100 ml), Magnetrührer mit Heizplatte, Magnetrührkern, Glasstab, Tiegelzange, Thermometer, Schnur, Schere

Durchführung

<ul style="list-style-type: none"> • Gib in ein 100 ml-Becherglas ca. 5 g Indigopulver. • Miss in einem Messzylinder 10 ml Alkohol (Ethanol) ab und gib ihn zum Indigo. • Miss mit dem Messzylinder zusätzlich 20 ml 2 M Natronlauge ab und gib auch diese ins Becherglas. • Verrühre das Gemisch mit einem Glasstab. 	
<ul style="list-style-type: none"> • Lege einen Magnetrührkern in ein 1000 ml Becherglas und gib ca. 700 ml heißes Wasser aus dem Wasserkocher dazu. • Stelle das Becherglas auf den Magnetrührer und beginne mit dem Rühren. 	
<ul style="list-style-type: none"> • Miss mit dem Messzylinder 40 ml von der 2 M Natronlauge ab und gib diese ebenfalls in das Becherglas. 	
<ul style="list-style-type: none"> • Schalte die Heizplatte an und erhitze die Flüssigkeit auf etwa 80°C (am Magnetrührer 200 °C einstellen). • Rühre die Lösung dabei <u>leicht</u>. • Kontrolliere die Temperatur mit einem Thermometer. Sie sollte nicht über 90 °C steigen! 	

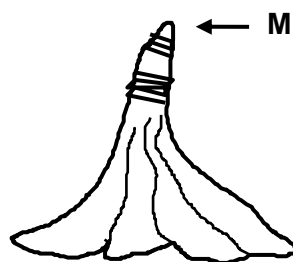
Hinweis:

Während des Erhitzens kannst du schon dein Seidentuch vorbereiten.

- Binde dazu dein Tuch mit Schnüren ab.
- An den abgebundenen Stellen werden die Tücher nachher nicht oder weniger intensiv gefärbt. So kannst du Linien, Kreise, Sonnen und Batikmuster aller Art erzeugen.
- Besondere Effekte erzielst du, wenn du das Tuch vor dem Abbinden mehrfach faltest.



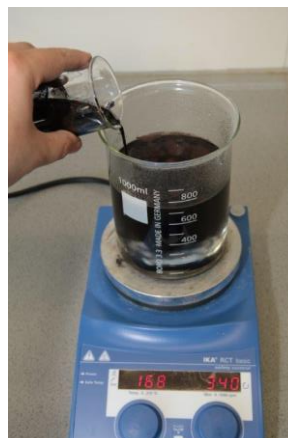
→ Linien



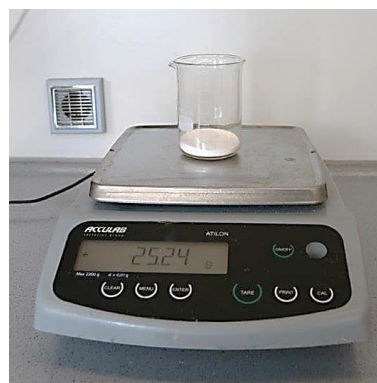
→ Kreise

← Mittelpunkt des Tuches

- Gieße den Inhalt des kleinen 100 ml-Becherglases nun in die vorbereitete 80-90°C heiße Lösung im großen Becherglas.
- Rühre und erhitze die Lösung noch weiter.



- Anschließend wiege in einem kleinen Becherglas etwa 20-25 g Natriumdithionit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) ab.

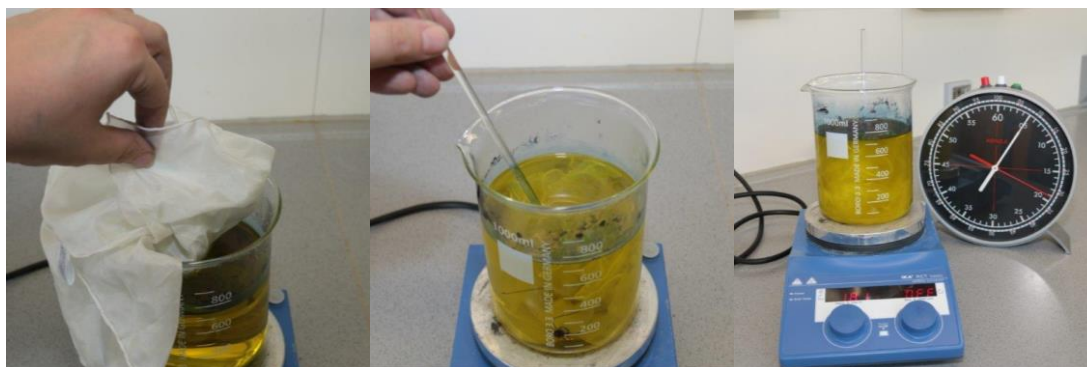


Synthese von und färben mit Indigo

- Schütte das abgewogene Natriumdithionit-Pulver nun auch noch in das große Becherglas und rühre kräftig weiter.
- Die fertige Küpe sieht man auf dem rechten Bild.

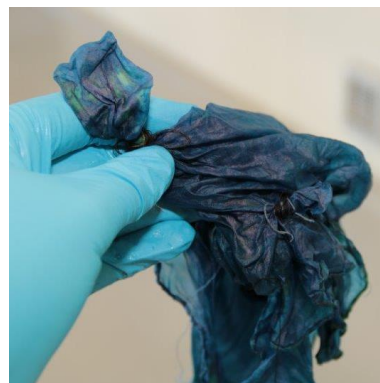


- Stelle den Rührer ab (heize aber noch weiter!).
- Tauche das abgebundene Tuch mit dem Glasstab in die Lösung (die Küpe) im großen Becherglas.
- Lass das Tuch etwa 5 Minuten darin ziehen. Je länger es drinbleibt, desto mehr nimmt es die Farbe an.



Synthese von und färben mit Indigo

- Zieh dir Einmalhandschuhe an, gehe mit dem Becherglas zum Waschbecken und nimm das gefärbte Seidentuch mit Hilfe einer Tiegelzange aus dem Färbebad (der Küpe) heraus.
- Lass es gut in das Becherglas abtropfen.
- **Vorsicht: die Flüssigkeit darf nicht mit den Händen in Berührung kommen!
Sie färbt sehr stark!**



- Breite das Seidentuch auseinander, sodass Luft möglichst an alle Stellen herankommt.
- Wenn es blau geworden ist, spüle es gut mit fließendem Wasser - so lange, bis es farblos abläuft. Auswringen ist wichtig!
- Zuletzt entfernt man die Fäden (vom Abbinden) und hängt das Tuch zum Trocknen auf die Wäscheleine.



Fragen zum Versuch

1. Beschreibe, was bei der Zugabe von Natriumdithionit zur Reaktionsmischung geschieht.

.....

.....

.....

2. Erkläre, wie es zu diesen Veränderungen kommt.

.....

.....

.....

3. Beschreibe, was geschieht, wenn man das Tuch aus der Küpe nimmt.

.....

.....

.....

4. Erkläre, warum diese Änderungen eintreten.

.....

.....

.....

5. Erkläre, warum man das Tuch nicht auswaschen darf, wenn noch gelbe Stellen zu sehen sind.

.....

.....

.....

Wusstet ihr schon...?

... woher der Ausspruch „heute machen wir blau“ oder einfache „blau machen“ kommt?

„Blau machen“ bedeutet, dass man an diesem Tag „frei“ macht, also nicht zur Schule oder zur Arbeit geht.

Der Ausdruck stammt aus der Küpenfärbung mit Indigo. Damals wurden die gefärbten Textilien ins Freie gehängt, um sie trocknen zu lassen und damit sich der Farbstoff an der Luft wieder in seine blaue Form umwandeln kann.

Dazu wird ja, wie ihr schon wisst Sauerstoff benötigt. Durch die Photosynthese der grünen Pflanzen ist genug Sauerstoff in der Luft.

Nach einem Tag waren die Färbestücke blau. Da man an diesem Tag nur warten konnte, bis man die dann blauen Stoffe weiterverarbeiten konnte, hatte man an diesen Tagen frei!