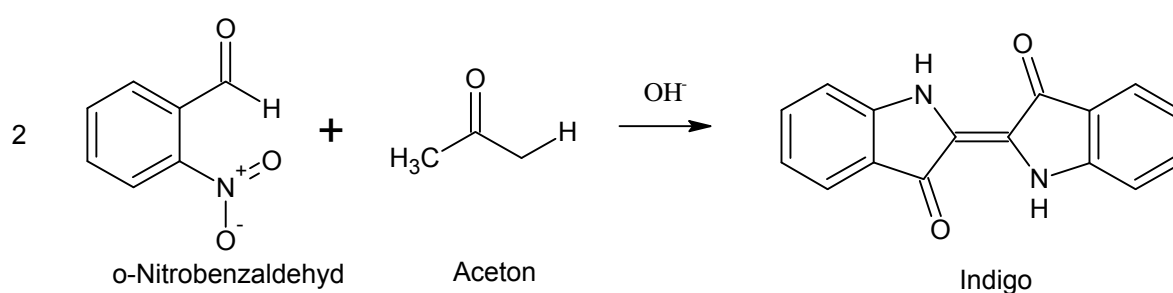


**Versuch: Synthese von Indigo****Zeitbedarf:***Vorbereitung: 5 Minuten**Durchführung: 10 Minuten**Nachbereitung: 5 Minuten***Reaktionsgleichungen:****Chemikalien:**

Chemikalie	Menge	R-Sätze	S-Sätze	Gefahrensymbol	Schuleinsatz
o-Nitrobenzaldehyd C <sub>7</sub> H <sub>5</sub> O <sub>3</sub> N	1 g	22-36/37/38	26	Xn	Sek.I
Aceton C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O	3 mL	11-36-66-67	2-9-16-26	F, Xi	Sek.I

Natronlauge NaOH (c = 1 mol/L)	4 mL	34	26-36/37/39-45	C	Sek.I
Ethanol C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	ca. 20 mL	11	7-16	F	Sek. I
Indigo C <sub>16</sub> H <sub>10</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	-	36/37/38	26-36	Xi	Sek. I

### Geräte:

25 mL-Erlenmeyerkolben

Spatel

Waage

Magnetrührer mit Rührfisch

Messpipette

Büchnertrichter mit Gummiaufsätzen

Membranpumpe

Filterpapier

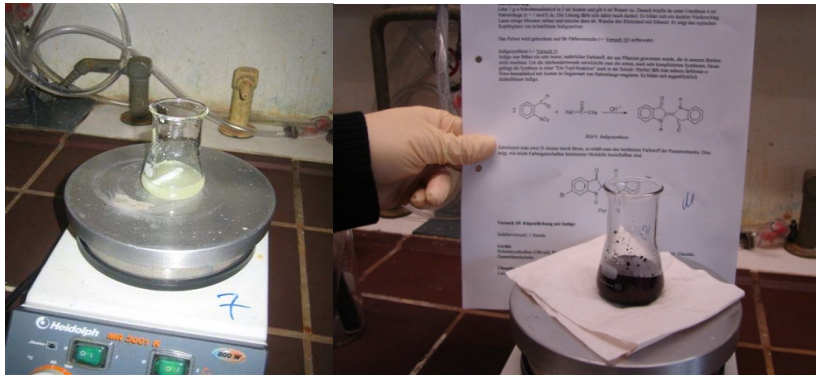
Exsikkator

### Durchführung:

In einen 25 mL-Erlenmeyerkolben löst man 1 g o-Nitrobenzaldehyd in 3 mL Aceton und gibt 4 mL Wasser hinzu. Anschließend werden 4 mL Natronlauge hinzuge tropft. Nach Stehenlassen für einige Minuten saugt man den Niederschlag ab und wäscht den Rückstand mit Ethanol. Nach Trocknen im Exsikkator könnte der Farbstoff zum Färben verwendet werden.

### Beobachtung:

Durch Zugabe von Natronlauge zu der anfänglich hellen, trüben Lösung färbt sich diese augenblicklich tiefblau und es bildet sich ein Niederschlag. Nach Absaugen und Trocknen ist dieser intensiv dunkelblau und glänzt etwas.



1. Vor der Zugabe von NaOH      2. Nach der Zugabe



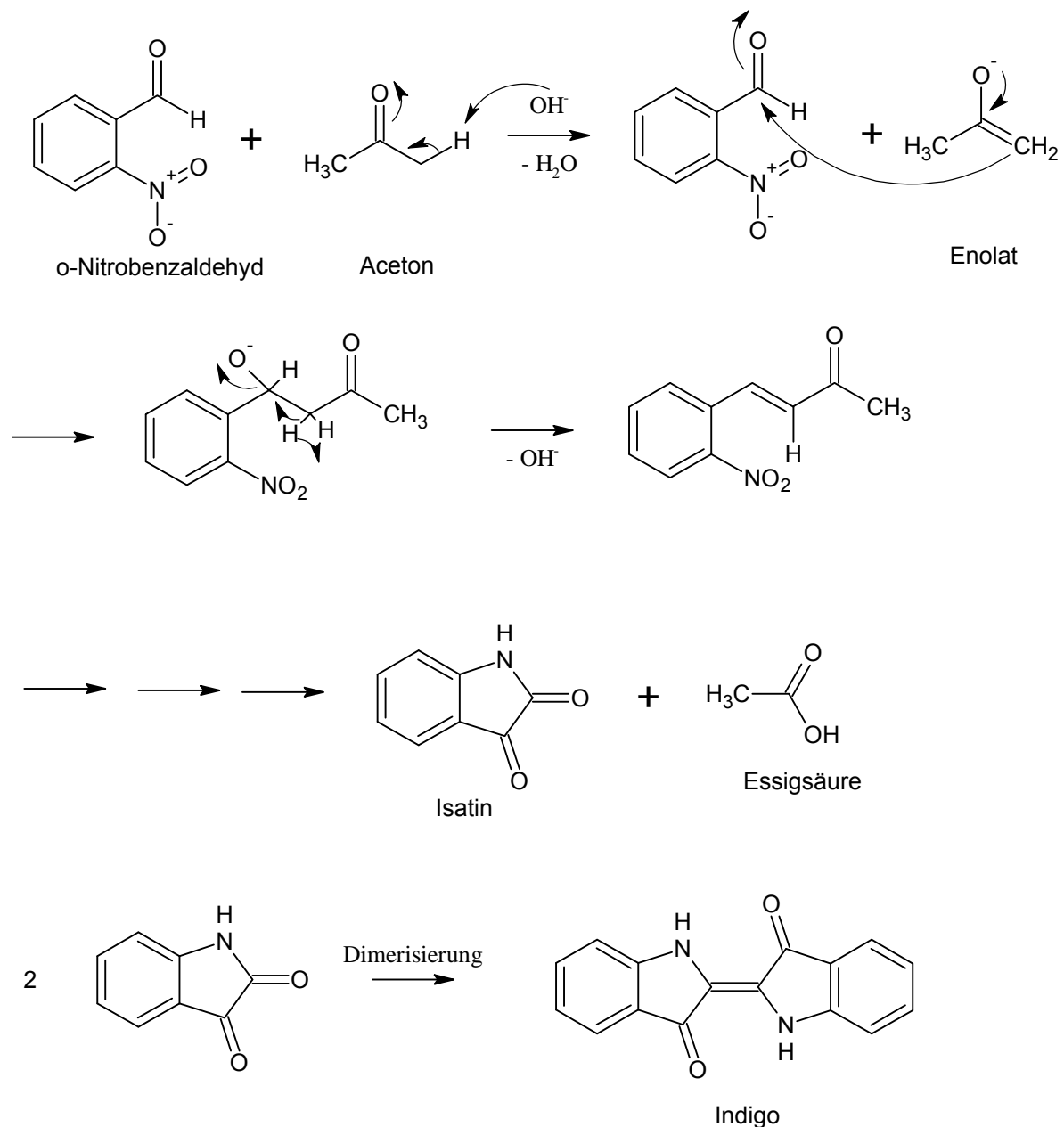
3. Nach dem Trocknen im Exsikkator

### Entsorgung:

Nach dem Trocknen kann der Farbstoff für Färbeversuche verwendet oder in die Feststofftonne entsorgt werden. Das Filtrat vom Absaugen wird neutral in die organischen Abfälle gegeben.

### Fachliche Analyse:

Der Synthese von Indigo liegt ein komplizierter Reaktionsmechanismus zugrunde, der im Prinzip einer Aldolkondensation entspricht. Die einzelnen Reaktionsschritte sind noch nicht vollständig geklärt, weswegen der Mechanismus hier nur verkürzt wiedergegeben werden kann:



Die Hydroxidionen als Base greifen zu Beginn des Mechanismus die Protonen des Acetons an und spalten eines davon ab. Aus dem Aceton wird dadurch ein Enolat, das nucleophil am positiv polarisierten Carbonylkohlenstoff des Nitrobenzaldehyds angreifen kann. Aus der daraus entstehenden Struktur werden die Hydroxidionen regeneriert und durch mehrere komplizierte Reaktionen entstehen Isatin und Essigsäure. Durch Dimerisierung des Isatins entsteht der Farbstoff Indigo. Bei diesem Mechanismus handelt es sich also formal um eine Aldolkondensation.

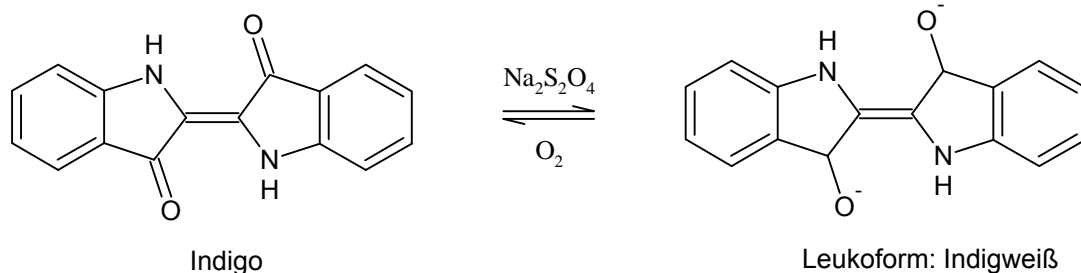
Die Hydroxidionen fungieren bei diesem Reaktionsmechanismus als Katalysator, denn erst durch die Zugabe von Natronlauge färbt sich das Reaktionsgemisch augenblicklich tiefblau.

Während der Reaktion werden sie, entsprechend der Anforderungen an einen Katalysator, zurückgebildet.

Die Geschichte des Indigofarbstoffs begann schon mehrere tausend Jahre vor Christus, schon die Ägypter gaben ihren Verstorbenen gefärbte Leinentücher mit in die Grabkammer. Indigo wurde lange Zeit als Pflanzenfarbstoff gewonnen, Grundlage hierfür waren die indische Indigopflanze *Indigofera* oder der deutsche Indigo, der Färberwaid. *Indigofera* wurde vor allem im Orient, in Indien und Ostasien verwendet, während man sich im Mittelmeerraum eher des Färberwaid bediente. Die Pflanzen selber enthalten jedoch keinen Indigo, sondern Indican, eine Vorstufe, die durch enzymatischen Abbau farbloses Indoxyl bildet, das wiederum durch Luftoxidation zum Farbstoff Indigo führt.

Im 19. Jahrhundert waren den damaligen Chemikern schon einige Farbstoffe bekannt. Die sogenannten Teerfarben konnten zwar ein breites Farbspektrum abdecken, jedoch fehlte ein leuchtendes Blau. Der Chemiker Adolf von Baeyer beschäftigte sich intensiv mit der synthetischen Herstellung von Indigo, die ihm zuerst allerdings nur mit Isatin gelang, das aber nur aus natürlichem Indigo gewonnen werden konnte. Zwei Jahre später (1878) gelang es ihm, Isatin technisch aus Phenyllessigsäure herzustellen. Nach weiteren zwei Jahren gelang ihm die Indigosynthese aus Zimtsäure und er ließ sich dieses Verfahren patentieren. Anhand dieser Synthese konnten auch noch andere Herstellungswege entwickelt werden.

Indigo kristallisiert in blauen Prismen mit rötlichem Glanz und ist in Wasser nahezu unlöslich. Um ihn zum Färben benutzen zu können, muss er durch ein Reduktionmittel, wie zum Beispiel Natriumdithionit ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ ), zur wasserlöslichen Leukoform, dem Indigweiß, reduziert werden. Die Leukoform dringt in die Faser ein und bleibt dort haften, wenn die Faser anschließend an der Luft getrocknet wird und sich durch Luftoxidation anschließend wieder der Farbstoff Indigo bildet:



Dieses Verfahren findet Anwendung in der sogenannten Küpenfärbung. Dabei entsteht die intensiv blaue Farbe auf Textilstücken. Durch die Eigenschaft, an beanspruchten Stellen etwas auszublassen, fand der Indigofarbstoff später Verwendung in der Färbung von Blue Jeans. Früher erfolgte die entsprechende Reaktion bei der Vergärung mit Urin. Die erhaltene Brühe wurde als Küpe (lat. cupa: Tonne, Kübel), der Vorgang als Verküpfung und die Färbetechnik als Küpenfärbung bezeichnet. Nachdem das zu färbende Gewebe in der Küpe getränkt wurde, wurde es aufgehängt und durch Luftoxidation entstand der tiefblaue Farbstoff.

### **Didaktisch-methodische Analyse:**

#### *Einordnung:*

Das Thema Farbstoffe ist in der Jahrgangsstufe 12.2 des hessischen Lehrplanes sowohl für den Grund- als auch für den Leistungskurs als Unterthema für das Wahlfach Angewandte Chemie vorgeschlagen. Es steht somit nicht verbindlich im Lehrplan. Anhand dieses Beispiels kann auf die Besonderheit der Carbonylverbindungen eingegangen werden, mit Hilfe starker Basen reaktive Enolate zu bilden. Andererseits könnte dieses Thema zumindest im Leistungskurs auch schon vorher besprochen und anhand der Indigosynthese wieder aufgefrischt werden. Durch das Beispiel der Küpenfärbung können die Grundlagen der Redoxchemie wiederholt und auf komplexere Beispiele angewandt werden. Der Synthese von Indigo sollte die Küpenfärbung angeschlossen werden, um die Effekte für die Schüler zugänglich zu machen und um das Unterrichtsgeschehen etwas aufzulockern.

#### *Aufwand:*

Die Herstellung von Indigo geht sehr schnell und erfordert keine außergewöhnlichen Geräte. Allerdings sollte rechtzeitig geprüft werden, ob ortho-Nitrobenzaldehyd vorhanden ist, der leider auch relativ teuer ist. Vor- und Nachbereitung sollten eigentlich in der Fünfminutenpause zu bewältigen sein, sodass der Versuch eigentlich problemlos in den Unterricht einbezogen werden kann. Zur Küpenfärbung sollten ausreichend große Gefäße und

„Wäscheleinen“ zum Trocknen der Textilstücke bereitgestellt werden. Allerdings sollte man für diesen Versuch schon eine Schulstunde einplanen.

*Durchführung:*

Die Indigoherstellung funktioniert ohne Probleme, geht schnell und die Effekte können sehr gut beobachtet werden. Nach dem Trocknen sind die tiefblaue Farbe der Kristalle und ihr rötlicher Glanz nicht zu übersehen. Der Versuch kann ohne Probleme als Schülerversuch durchgeführt werden, allerdings sollten die Schüler Handschuhe und Kittel tragen, um Flecken auf der Kleidung zu vermeiden. Wird die Küpenfärbung mit Kleidungsstücken durchgeführt, so sollten die Färbewannen keine Laborgeräte sein.

**Literaturangaben:**

<http://www.chemieunterricht.de/dc2/farben/index.html>

*Chemie Heute Sek. II*, 7. Auflage, Schroedel Verlag, Hannover, 2004

Hessischer Lehrplan Chemie für den gymnasialen Bildungsgang, Klasse 7G bis 12G

Soester Liste