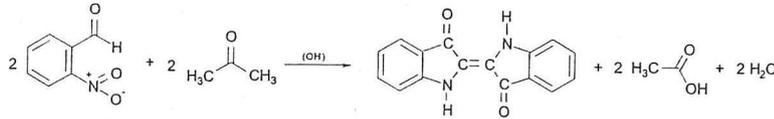


9.3.4. Indigo

Reaktion:



Ansatz: 2,0 g 2-Nitrobenzaldehyd

20 ml Aceton

8 ml 1M Natronlauge

12 Plätzchen Natriumhydroxyd

5,0 g Natriumdithionit

Ethanol, Diethylethe

Vorschrift: Unter Rühren wird die Lösung von 2-Nitrobenzaldehyd und Aceton mit 10 ml destilliertem Wasser versetzt. Eventuell auftretende Trübungen sind durch Zugabe von wenig Aceton aufzulösen. Anschließend wird, ebenfalls unter Rühren, die Natronlauge mit einer Pasteurpipette zügig zugegeben. Unter Erwärmung färbt sich die Lösung dunkelbraun und der Indigo fällt in feinen Kristallen aus. Nach etwa 5 Minuten ist die Reaktion beendet. Der Indigo wird saugfiltriert und zuerst mit wenig Ethanol und anschließend mit Diethylether gewaschen. Indigo liegt in hoher Reinheit vor und zeigt den typischen violetten Oberflächenglanz.

Färbung mit Indigo: Zur Herstellung der Küpe (Leuko-Indigo) wird der Indigo mit 40 ml destilliertem Wasser, Natriumdithionit und den Natriumhydroxyd-Plätzchen versetzt und solange auf 80 °C erwärmt bis die Lösung nur noch grün-gelb gefärbt ist. Auf der Oberfläche scheidet sich durch Berührung mit Luft eine feine blaue Haut von Indigo, die sogenannte "Blume", ab. Nun wird ein zweites Becherglas mit soviel heißem Wasser gefüllt, dass der zu färbende Stoffrest gerade untertaucht. Die Küpe wird zugegossen und fünf Minuten aufgekocht. Der Stoffrest wird ausgedrückt, mit Wasser spült und an der Luft zum Trocknen aufgehängt.

Literatur: Gattermann, *Praxis des organischen Chemikers*, de Gruyter, 1959, 39. Auflage, 652

Produkt: Indigo: Schmp.: 390 - 392°C (unter Zersetzung, sublimiert)

Ausbeute:

Mechanismus: basisch katalysierte Aldoladdition, gefolgt von einer Acetat- und Wasserabspaltung, die zur Bildung von Indolon führt.

Bemerkungen: Beachten Sie, dass alle Glasgeräte anschließend sehr sorgfältig gereinigt werden müssen.

Gefährdung: Natriumhydroxyd wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen, Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Natriumdithionit ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Aceton ist leicht entzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Entsorgung: Das Filtrat in den Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel. Färbelösung neutralisieren und in den Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral).

Zeitaufwand: Apparaturaufbau: 10 min.; Reaktionsdauer: 5 min; Aufarbeitung: 1,0 h; Färbung: 2,0 h

Indigo

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

| Substanz | Molmasse g/mol | Schmelzpunkt °C | Siedepunkt °C | Gefahrstoffsymbol | R-Sätze | S-Sätze |
|--------------------|----------------|-----------------|---------------|-------------------|-------------|--------------|
| Indigo | 262,27 | 300 | | | | |
| 2-Nitrobenzaldehyd | 151,12 | 41-43 | 156/20 hPa | | | 24/25 |
| Aceton | 58,08 | -95,4 | 56,2 | F, Xi | 11-36-66-67 | 9-16-26 |
| Natriumhydroxid | 40,0 | 324 | 1390 | C | 35 | 26-37/39-45 |
| Natriumdithionit | 174,1 | 100 (Z) | | Xn | 7-22-31 | 7/8-26-28-43 |
| Ethanol | 46,07 | -114,5 | 78,3 | F | 11 | 16 |
| Diethylether | 74,12 | -116 | 34 | F+, Xn | 12-19-22-66 | 9-16-29-33 |

2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

| Substanz | Schutzmaßnahmen allgemein | Schutzmaßnahmen Körper | Anweisungen zur ersten Hilfe Haut | Anweisungen zur ersten Hilfe Augen | Anweisungen zur ersten Hilfe Inhalation | Anweisungen zur ersten Hilfe Verschlucken | Störverhalten bei kleinen Unfällen |
|--------------------|---------------------------|------------------------|-----------------------------------|------------------------------------|-----------------------------------------|-------------------------------------------|------------------------------------|
| Indigo | | | | | | | |
| 2-Nitrobenzaldehyd | DLK | BK | WK | W | L | W | PSch |
| Aceton | DLK | BK | WK | WA | L | WAK | PSch |
| Natriumhydroxid | TD | BHK | WFK | WA | LA | WA | CPSch |
| Natriumdithionit | DLK | BK | WK | WA | LA | WEA | PSand |
| Ethanol | DKL | BHK | WK | WA | L | WA | CSchP |
| Diethylether | ADL | BHK | WK | WA | LB | FA | PSch |