

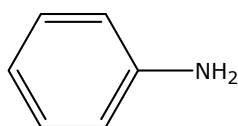
Herstellung von Azofarbstoffen und Färben von Textilien

Einleitung

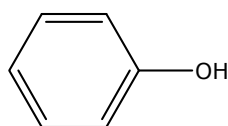
Nach ihrer chemischen Struktur teilt man die organischen Farbstoffe in eine Reihe verschiedener Gruppen ein. Die bedeutendste ist die der Azofarbstoffe („Anilinfarben“). Ihr charakteristisches Merkmal ist die Azogruppe $-N=N-$, die zwei mesomere Molekülteile verbindet, sodass ein grösseres mesomeres System entsteht, das Licht im sichtbaren Bereich absorbieren kann. Die kleinen mesomeren Systeme können leicht aus Erdöl gewonnen werden.

Bei der Synthese der Azofarbstoffe werden zwei Moleküle - die Azokomponente und die Kupplungskomponente - durch eine Azogruppe verknüpft.

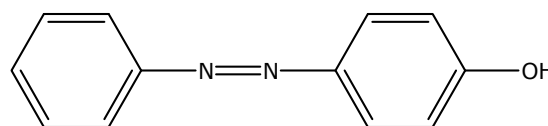
Beispiel: Der orangefarbene Azofarbstoff 4-Hydroxyazobenzol entsteht aus der Azokomponente Anilin und der Kupplungskomponente Phenol:



Anilin



Phenol



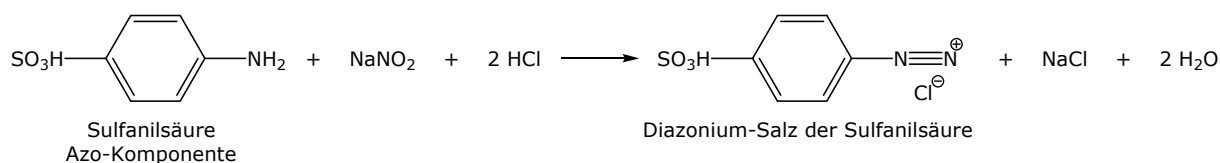
p-Hydroxyazobenzol

Bei der Azokomponente handelt es sich immer um ein mesomeres Amin, d. h. um ein Molekül, das eine direkt an einen mesomeren Ring gebundene NH_2 -Gruppe enthält. Als Kupplungskomponente kommt ebenfalls ein mesomeres Amin in Frage, oder aber ein Phenol, d. h. ein Molekül mit einer an einen mesomeren Ring gebundenen OH -Gruppe.

Die Strategie bei der Synthese der Azoverbindungen, die auch „Azokupplung“ genannt wird, besteht darin, in einem ersten Schritt das mesomere Amin „Azokomponente“ zu aktivieren, damit es mit der Kupplungskomponente reagieren kann.

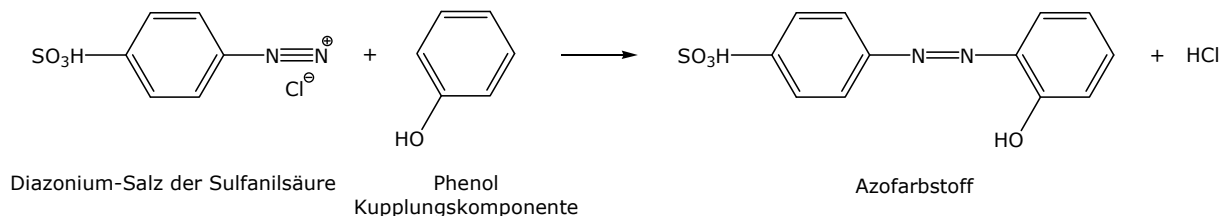
1. Diazotierung

Zuerst wird ein Amin mit Natriumnitrit ($NaNO_2$) und Salzsäure diazotiert. Dadurch entstehen Diazonium-Salze. Diese sind sehr reaktiv und müssen daher bei tiefen Temperaturen gehandhabt werden.



2. Azo-Kupplung

In einem zweiten Schritt findet die Reaktion des reaktionsfreudigen Diazonium-Salzes mit der Kupplungskomponente statt.



Struktur der Farbstoffe und Textilien

Azofarbstoffe

Azoverbindungen ohne weitere Gruppen sind unpolar. Daher lösen Sie sich kaum in Wasser und haften auch schlecht auf der Faser. Gruppen wie $-\text{SO}_3\text{H}$ oder $-\text{OH}$, erhöhen die Wasserlöslichkeit. $-\text{SO}_3\text{H}$ ist sauer, gibt ein Proton ab und das Farbstoffmolekül wird negativ geladen. Die OH -Gruppe bildet Wasserstoffbrücken. Damit wird der Farbstoff wasserlöslicher und haftet auch besser an Fasertypen, welche elektrisch geladene Gruppen enthalten.

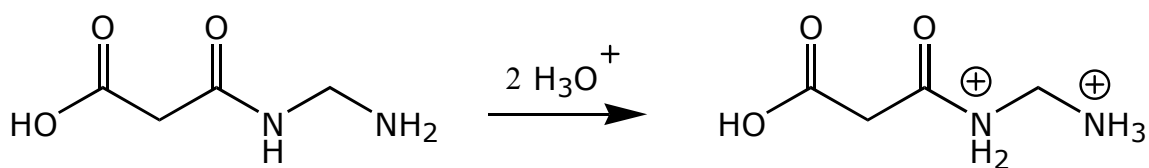
Wolle und Seide

Wolle und Seide sind Naturfasern und bestehen aus Eiweissmolekülen (Proteinen). In basischer Lösung werden sie irreversibel zerstört (verfilzen) und müssen deshalb in sauren Lösungen gefärbt werden. Proteine sind aus vielen Aminosäuren aufgebaut. In saurer Lösung liegt ein Überschuss an H_3O^+ -Ionen vor wodurch die basische NH_2 -Gruppe ein H^+ -Ion aufnimmt und zu NH_3^+ wird.



Polyamidfasern

Polyamide enthalten auch Aminogruppen, jedoch wesentlich weniger als Proteine. Ausserdem enthalten sie zusätzlich Amidogruppen ($-\text{CO}-\text{NH}-$), welche jedoch erst bei tieferen pH-Werten ein H^+ -Ion aufnehmen können.



Baumwolle (natürliche Cellulosefasern)

Baumwolle ist die wichtigste Naturfaser. Sie besteht aus Cellulose. Der hochmolekulare Stoff Cellulose ist aus einer grossen Ansammlung von Glucose-Einheiten aufgebaut. Basische oder saure Gruppen fehlen gänzlich.

Viskose und Acetat

Diese beiden Fasersorten gehören zu den sogenannten halbsynthetischen Fasern. Sie werden durch eine chemische Umwandlung des Naturrohstoffes Cellulose (z.B. aus Holz) hergestellt. Die chemische Struktur der Cellulose wird hierbei nicht wesentlich verändert.

Durchführung

Trockene Diazoniumsalze explodieren sehr leicht. Deshalb werden sie wie im letzten Versuch direkt im Reaktionsgemisch weiterverarbeitet; ausserdem wird wegen der grösseren Mengen bei Temperaturen unter 5 °C gearbeitet.

Es werden stöchiometrische Mengen eingesetzt: pro mol Azokomponente brauchen wir 1 mol NaNO₂ zur Diazotierung und 1 mol Kupplungskomponente zur Kupplung.

Die folgende Vorschrift gilt für die besonders schönen Farbstoffe β-Naphtolorange und Echtrot.

Farbstoff	Azokomponente	Kupplungskomponente
β-Naphtolorange	Sulfanilsäure	B-Naphthol
Neutralrot	Naphthionsäure Natrium-salz	B-Naphthol
Gelber Farbstoff	Nitroanilin	Phenol

Vorbereitung

- Arbeitsplan (schematische Darstellung des Arbeitsablaufes)
- Auswahl des Farbstoffes
- Berechnung der einzusetzenden Mengen der entsprechenden Azo- und Kupplungskomponente: Summenformel bestimmen → molare Masse ermitteln → einzuwägende Menge berechnen. Zu beachten ist dabei, dass die Naphtionsäure als Natriumsalz zur Verfügung steht: R-SO₃⁻ Na⁺ anstelle von R-SO₃H.
- **Lassen Sie die Berechnung von der Lehrkraft überprüfen!**

Protokoll

Führen Sie ein Protokoll über Ihre Beobachtungen. Dazu gehören unter anderem: Löslichkeit der Azo- und Kupplungskomponente, Farbänderungen, Temperatur, Fällungen, Filtrierbarkeit usw. Notieren Sie auf jeden Fall allfällige Abweichungen von der Versuchsvorschrift, die Sie - in Absprache mit dem Lehrer - vornehmen müssen. Verwenden Sie in Ihrem Protokoll die gleiche Nummerierung der Arbeitsschritte wie in der Versuchsanleitung. Ergänzen Sie Ihr Protokoll laufend durch Zeitangaben.

Diazotierung

1. Auf dem Magnetrührer (Heizung aus!) ein 250 ml Becherglas in ein Eisbad (Kunststoffbecken mit zerklopfen Eiswürfeln und Kochsalz) stellen. 25 ml Salzsäure ($c = 4 \text{ mol/l}$) hineingeben, unter leichtem Rühren abkühlen lassen.
2. In ein 100 ml Becherglas 0.025 mol feingepulverte Sulfanilsäure oder feingepulvertes Naphtionsäure-Natriumsalz einwiegen. 25 ml Natronlauge ($c = 2 \text{ mol/l}$) dazugeben. Mischung unter Rühren (Glasstab) erwärmen, bis die Azo-komponente gelöst ist, dann abkühlen: zuerst im kalten Wasserbad, dann in einem (zweiten) Eisbad. Anschliessend 10 ml Natriumnitrit-Lösung ($c = 2.5 \text{ mol/l}$) zugeben. Jetzt beginnt die Diazotierung.
3. Die Mischung mit der Azokomponente so langsam unter Rühren (Magnetrührer) in die gekühlte Salzsäure tropfen lassen, dass die Temperatur nicht über 5°C steigt. Währenddessen Kupplungsreaktion vorbereiten.

Kupplungsreaktion

1. In einem 250 ml Becherglas 0.027 mol feingepulvertes β -Naphtol in 25 ml Natronlauge (2 mol/l) lösen. Diese Lösung in einem zweiten Eisbad abkühlen. Dies kann auf dem Magnetrührer geschehen, sobald die Diazotierung beendet ist; das Eisbad mit dem Diazoniumsalz kann dann auf die Seite gestellt werden - gelegentlich sollte seine Temperatur kontrolliert werden.
2. Auf dem Magnetrührer die eiskalte breiige Diazoniumsalz-Suspension vorsichtig in die Lösung der Kupplungskomponente einrühren. Jetzt beginnt die Kupplungsreaktion.
3. Das Gemisch durch Zugabe von Natronlauge alkalisch machen (Kontrolle mit Indikatorpapier), wenn es nicht schon alkalisch ist.
4. Kalte gesättigte Kochsalzlösung zugeben (ca. 50 ml), um das Ausfallen des Farbstoffes zu fördern.
5. Farbstoff mit der Nutsche abfiltrieren. Neutralrot fällt häufig so fein aus, dass ein Teil den Filter passiert; der Verlust lässt sich vermindern, indem das Filtrat nochmals auf den Rückstand in der Nutsche gegossen und ein weiteres Mal filtriert wird. Nutsche beschriften und trocknen lassen. Das Filtrat in den Ausguss giessen.
6. Nach dem Trocknen den Farbstoff wägen und die Ausbeute berechnen.

Einfärben eigener Textilien

Färbebad für Wolle oder Seide

Die benötigten Mengen sind abhängig von der Grösse des zu färbenden Textilstückes. Die folgenden Angaben beziehen sich auf ein Badvolumen von 1 Liter.

1. 1 g Farbstoff und 20 g $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$ (Natriumsulfat) in 1 Liter heissem Leitungswasser lösen.
2. Durch Zugabe von Schwefelsäure auf etwa pH 4 ansäuern.
3. Das Färbegut hineingeben, während 45 Minuten bei ca. 80 °C halten, gelegentlich mit dem Glasstab bewegen.
4. Die gefärbten Stücke herausnehmen, gut mit Wasser spülen und anschliessend (zu Hause) mit Feinwaschmittel waschen. Das Färbebad in den Abguss giessen.