Logo folgt

Stand: 24.11.2026 | Quelle: DEGINTU

Synthese von Königsblau (Methylblau)

DEGINTU-ID: 186009 | Nr: 641 | Institut für Chemieinformation

Schülerversuch ab Jahrgangsstufe 5

Kategorie: Aromaten und Farbstoffe

Reaktionsgleichung

3 Natrium-N-phenylsulfanilat ($C_{12}H_{10}NNaO_3S$ (s)) + 3 Oxalsäure ($C_2H_2O_4$ * $2H_2O$ (s)) + 2 Zinksulfat ($ZnSO_4$ * H_2O (s)) → Königsblau ($C_{37}H_{29}N_3O_9S_3$ (aq)) + Natriumformiat (HCO_2Na (aq)) + 2 Zinkoxalat (ZnC_2O_4 * $2H_2O$ (s)) + 2 Natriumhydrogensulfat ($NaHSO_4$ (aq)) + 6 Wasser (H_2O (l)) Hinweis: Die Reaktion wird durch die Zinksulfatschmelze katalysiert. Königsblau liegt zuerst als freie Säure vor. Durch Natronlauge entsteht der Neutralstoff Königsblau: ($C_{37}H_{29}N_3O_9S_3$ (aq) + 2 NaOH (aq) → $C_{37}H_{27}N_3Na_2O_9S_3$ (aq) + 2 H_2O (l))

Durchführung

0,5 g (1,9 mmol) Natrium-N-phenylsulfanilat, 0,75 g (6 mmol) Oxalsäure-Dihydrat und 0,23 g (1,3 mmol) Zinksulfat werden in einem Reagenzglas gründlich homogen gemischt. Das Reagenzglas wird mit einem Lochstopfen bei dem ein Steigrohr eingesetzt ist, verschlossen. Anschließend wird das Gemisch im Heißluftstrom vorsichtig aufgeschmolzen und unter weiterem, schonendem Erhitzen so lange behandelt, bis die Bildung von Kondensat im Steigrohr deutlich nachlässt. Die entstehende, teilweise blau und teilweise gelblich gefärbte Schmelze wird auf Raumtemperatur abgekühlt und mit ca. 4 mL einer Wasser überschichtet, mit einem Gummistopfen verschlossen, durchgeschüttelt, geöffnet und mit einem Glasstab kräftig durchgerührt. Dabei entsteht eine blaue-trübe Suspension. Durch Dekantieren des schwerlöslichen Zinkoxalats entsteht eine klare tiefblaue Lösung. Es schließt sich eine Neutralisation mit Natronlauge an.

Zum Reaktionsmechanismus:

Die klassische Synthese der Triphenylmethanfarbstoffe mit der Symmetrie des Kristallvioletts beruht auf einer Friedels-Craft-Acylierung durch Phosgen mit Zinksulfat als Lewissäure. Bei diesem Verfahren wird anstelle von Phosgen Oxalsäure verwendet. Unter den lewissauren Reaktionsbedingungen disproportioniert die Oxalsäure (Oxidationszahl der Kohlenstoffatome +3) zu Natriumformiat (Oxidationszahl des Kohlenstoffatoms +2) und einem Acylium bei dem der Rest „-OH“ ist (Oxidationszahl des Kohlenstoffatoms +4).

Zur Analytik des Königsblaus aus dem Reaktionsgemisch:

Der Nachweis erfolgt über Dünnschichtchromatographie: stationäre Phase = Kieselgel, mobile Phase = 12 mL 1-Butanol, 3 mL Eisessig und 5 mL Wasser. (Quelle: MACHEREY-NAGEL - TLC Mikro-Sets Gebrauchsanleitung Seite 11)

Geräte und Material

Reagenzglas (RG) 18 x180 mm mit gelochtem Gummistopfen und 20 cm langem Steigrohr aus Glas, Gummistopfen, Reagenzgläser 16 x 160 mm, Heißluftgebläse (HG), Becherglas, Reagenzglasständer, Reagenzglasklammer, Glasstab

Gefahrstoffe

Name	Formel	CAS-Nr.	H-Sätze	P-Sätze	Piktogramme
Natriumformiat	NaHCOO	141-53-7			
Natriumhydrogensulfat	$NaHSO_4·H_2O$	7681-38-1 10034-88-5	H318	P280 P305+P351+P338+P310	GHS05
Natrium-N-phenylsulfanilat	$C_{12}H_{10}NNaO_3S$	6152-67-6	H315 H319 H335	P261 P264 P271 P280 P302+P352 P305+P351+P338	GHS07
Oxalsäure-2-Hydrat	$(COOH)_2·2H_2O$	6153-56-6	H318 H302+H312	P264 P270 P280 P501 P302+P352+P312 P305+P351+P338+P310	GHS05, GHS07
Zinksulfat-1-Hydrat	$ZnSO_4·H_2O$	7446-19-7	H302 H318 H410	P273 P280 P313 P305+P351+P338	GHS05, GHS07, GHS09
Natriumsulfat-10-Hydrat	$Na_2SO_4·10H_2O$	7727-73-3			
Natriumhydroxid 0,1M	NaOH·aq		H290		GHS05
Königsblau	$C_{37}H_{27}N_3Na_2O_9S_3$	28983-56-4			
Zinkoxalat-Dihydrat	ZNC_2O_4-$_2H_2O$	547-68-2	H302 H312	P280 P301 P302 P312 P330 P331 P352	GHS07

Persönliche Schutzausrüstung

- Eine **Gestellschutzbrille** ist zu tragen.
- Als Spritzschutz dienen **Nitril-Einmalhandschuhe**.

Gefahren

- durch Einatmen
- durch Hautkontakt
- durch Augenkontakt

Sicherheitshinweise

Gemäß dem Sicherheitsdatenblatt von Roth handelt es sich bei Königsblau (Methylblau) nicht um einen Gefahrstoff.

Substitution

Substitution 1

Substitution von Gefahrstoffen, Verwendungsformen und -verfahren wurde geprüft. Der Versuch ist zur Vermittlung wesentlicher Lerninhalte nicht verzichtbar und kann unter Einhaltung der in der Versuchsvorschrift genannten Einschränkungen und mit den dort genannten Schutzmaßnahmen durchgeführt werden.
Gefährliche Stoffeigenschaften oder andere Gefährdungen, die eine Durchführung durch Schüler/innen oder Lehrkräfte grundsätzlich ausschließen würden, sind nicht bekannt. Die Stoffliste DGUV Information 213-098 in degintu.dguv.de wurde berücksichtigt.

Medien und Abbildungen

Quelle: Wikipedia Acid Blue 93

Literatur

Unveröffentlichte Versuchsvorschrift W. Proske / H. Klemeyer

Hinweis: Diese PDF-Datei ersetzt nicht die Gefährdungsbeurteilung und deren Dokumentation z.B. mit der Datenbank DEGINTU (degintu.dguv.de).