

Einführungspraktikum
zu den
Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie
Versuche und Übungen

Kapitel 7: Sublimation

- Übung 7.1
- Vorproben (Vers. 7.1)
- Reinigung kristalliner Stoffe durch Sublimation (Vers. 7.2)

Hinweis: Vor Beginn der Versuche muss das Kapitel 7 in den „Arbeitsmethoden in der organischen Chemie“ durchgearbeitet werden.

Übung 7.1

- In welchem Druck/Temperatur-Bereich lassen sich Hexachlorethan und Phthalsäureanhydrid sublimieren? Verwenden Sie zur Beantwortung der Frage die Abb. 7.1 der Arbeitsmethoden. Könnte ein Gemisch der beiden Substanzen durch Sublimation getrennt werden?

Tabelle 7.1: Verbindungen zur Sublimation

Verbindung	Schmp. [°C]	Gefahrensymbol	Sicherheitsdaten
Anthrachinon	285–286	—	—
<i>rac</i> -Borneol	205–208	—	—
<i>rac</i> -Campher	179	F, Xi	R 11-36/37/38
1,4-Dichlorbenzol	53	Xi, N	R-36-50/53 S 24/25-46-60-61
Fumarsäure	286–287	Xi	R 36 S 26
Naphthalin	80	Xn, N	R 22-50/53 S 36/37-60-61
Phthalsäureanhydrid	191	Xi	R 22-37/38-41-42/43 S 23-24/25-26-37/39-46

Versuch 7.1 Vorproben zur Sublimation

Eine kleine Probe Campher wird in einem Mikroreagensglas (8x50 mm, Reagensglasklammer verwenden!) in einem Heizbad, einem Heißluftgebläse oder der Sparflamme eines Bunsenbrenners erhitzt. Was ist zu beobachten?

Stellen Sie ein 1:1-Gemisch von Campher und Harnstoff (Schmp. 132–135 °C) dar und erhitzen Sie eine Spatelspitze des Gemisches im Mikroreagensglas vorsichtig. Was ist zu beobachten? Bestimmen Sie die Schmelzpunkte von Sublimat und Rückstand. Wie ist das Ergebnis zu interpretieren?

Entsorgung:

Die festen Substanzrückstände werden in den festen organischen Sonderabfall gegeben. Substanzreste im Reagensglas werden mit etwas Aceton in den halogenfreien organischen Sonderabfall gespült.

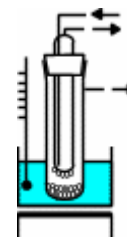
Versuch 7.2 Reinigung kristalliner Stoffe durch Sublimation (Verbundversuch mit 8.3 – Extraktion)

Eine der aufstehenden, verunreinigten Substanzen oder das rohe Borneol aus Versuch 8.3 (Tab. 7.1) ist durch Sublimation zu reinigen. Dazu wird zunächst der Schmelzpunkt der verunreinigten Probe bestimmt und das Sublimationsverhalten mit Hilfe von Vorproben untersucht. Wählen Sie anhand der erhaltenen Ergebnisse den zur Sublimation geeigneten Druck (Normaldruck – Grobvakuum (ca. 10 hPa) – Feinvakuum (<0.1 hPa)!

Vorproben: Eine Mikrospatelspitze Substanz wird in einem Mikroreagensglas zunächst bei Normaldruck in einem Heizbad, einem Heißluftgebläse oder der Sparflamme eines Bunsenbrenners erhitzt (ohne die Probe zu schmelzen!).

- Wenn sich in der kalten Zone ein Sublimat abscheidet, ist die Sublimation bei Normaldruck möglich.
- Ist keine Sublimation zu beobachten, wird das Mikroreagensglas am Vakuumschlauch an die Membran- oder Wasserstrahlpumpe angeschlossen und der Sublimationsversuch wiederholt.
- Kann auch im Wasserstrahlvakuum keine Sublimation beobachtet werden, wird der Versuch im Feinvakuum (Ölpumpe) wiederholt.

Zur präparativen Reinigung der Substanz werden etwa 2.00–5.00 g der verunreinigten Substanz in das Sublimationsgefäß eingewogen, mit etwas Glaswolle abgedeckt und der Kühlfinger so aufgesetzt, dass er sich etwa 2–3 cm oberhalb der Substanzoberfläche befindet. Achten Sie darauf, dass die Glaswolle den Kühlfinger nicht berührt!



Nun wird der durch Vorproben ermittelte Unterdruck angelegt (Vakuummessgerät im Nebenschluss). Das Sublimationsgefäß im Heizbad wird langsam erwärmt (das Sublimationsgut darf auf keinen Fall schmelzen!). Die Apparatur sollte möglichst weit in das Heizbad eintauchen, gegebenenfalls muss die Apparatur mit Aluminiumfolie isoliert werden, um das Abscheiden des Sublimats an der Außenwand zu verhindern.

Nach vollständiger Sublimation wird das Ölbad entfernt, die Sublimationsapparatur belüftet und der Kühlfinger vorsichtig herausgenommen. Das Sublimat wird mit einem Spatel auf ein Uhrglas überführt, gewogen und der Schmelzpunkt bestimmt. Der Rückstand wird ebenfalls gewogen.

Protokollieren Sie die durchgeführten Vorproben, den Verlauf der Sublimation (Druck, Badtemperatur, Dauer, Ausbeute, Schmelzpunkte und Aussehen von Roh- und Reinprodukt).

Recycling und Entsorgung:

Die gereinigten Substanzen werden wieder in die aufgestellten Vorratsflaschen zurückgegeben. Achten Sie darauf, dass keine Verwechslungen erfolgen!

Die festen Rückstände im Sublimationsgefäß werden mechanisch (z. B. mit dem Spatel) entfernt und in den festen organischen Sondermüll gegeben.

Substanzreste werden mit etwas Aceton in den halogenfreien organischen Sonderabfall gespült. Substanzreste aus der Sublimation von 1,4-Dichlorbenzol werden in den halogenhaltigen organischen Sonderabfall gespült.