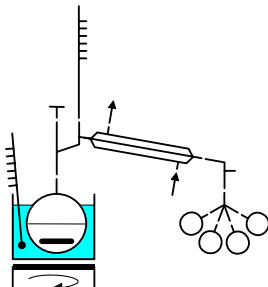


## Versuch B1: Destillation unter Normaldruck (Abtrennung von schwerflüchtigen Verunreinigungen)

### Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 4.2



**Apparatur:** NS 14-Destillationsapparatur mit 100 ml Destillationskolben mit Magnetührstab, Claisenbrücke mit Schliffthermometer, Spinne und vier 25 ml Vorlagekolben; Magnetrührer mit Heizbad und Heizbadthermometer, Hebebühne.

**Aufbau:** Die 4 Vorlagekolben werden nummeriert und leer gewogen. Der leere Destillationskolben wird zusammen mit dem Magnetührstab gewogen, anschließend werden etwa 30–40 ml einer Verbindung aus Tabelle B1 mit Hilfe eines Trichters eingefüllt und der beschickte Kolben erneut gewogen. Die Destillationsapparatur wird aufgebaut und auf Spannungsfreiheit überprüft. Dabei wird der Destillationskolben in einer Höhe befestigt, dass bei heruntergefahrener Hebebühne der Magnetrührer mit Heizbad gerade darunter geschoben werden kann. Anschließend werden bei entferntem Heizbad die Wasserschläuche angeschlossen, gesichert und auf Dichtigkeit überprüft.

**Durchführung:** Der Destillationskolben wird durch Hochdrehen der Hebebühne möglichst weit in das kalte Ölbad eingetaucht, erst dann wird unter magnetischem Rühren langsam erhitzt, die Ölbadtemperatur sollte etwa 20–30 °C über dem Siedepunkt der zu destillierenden Substanz liegen.

Wenn der erste Tropfen in den Vorlagekolben fällt, werden die Siedetemperatur und die Heizbadtemperatur abgelesen. Sobald die Siedetemperatur konstant bleibt, wird der nächste Vorlagekolben eingedreht und das Destillat so lange gesammelt, wie der Siedepunkt konstant bleibt (innerhalb eines Intervalls von 2 °C). Ändert sich die Siedetemperatur, muss auf den nächsten Vorlagekolben gewechselt werden usw. Dabei wird immer auch die Siede- und Heizbadtemperatur abgelesen.

Während der Destillation sollte die Ölbadtemperatur möglichst konstant bleiben, eventuell kann sie gegen Ende der Destillation leicht erhöht werden.

Die Destillation ist beendet, wenn kein Destillat mehr übergeht. Das Ölbad kann dann entfernt und die Wasserkühlung abgestellt werden.

Nach dem Abkühlen der Apparatur wird durch Rückwiegen des Destillationskolbens die Masse des Destillationsrückstandes bestimmt. Die Masse der erhaltenen Fraktionen wird ebenfalls durch Rückwiegen bestimmt. Von allen Fraktionen wird der Brechungsindex am Refraktometer gemessen.

**Protokollführung:** Der Aufbau der Apparatur mit Kolbengrößen wird beschrieben. Die Einwaage wird angegeben, der Destillationsverlauf wird tabellarisch im Destillationsprotokoll beschrieben. Die Massen und Brechungsindices der erhaltenen Fraktionen werden ebenfalls in das Destillationsprotokoll eingetragen.

Aus der Differenz zwischen Einwaage und Summe der Massen aller Fraktionen und des Destillationsrückstandes wird der Destillationsverlust errechnet.

Abschließend wird unter Heranziehung aller Daten aus dem Destillationsprotokoll und Vergleich mit den Literaturwerten der Hauptlauf bestimmt.

Tabelle B1: Substanzen für die Destillation unter Normaldruck.

Verbindung	Sdp. [°C]	$n_D^{20}$	Gefahrensymbol	Sicherheitsdaten (R/S-Sätze)
1-Propanol ( <i>n</i> -Propanol)	97	1.3850	F, Xi	R 11-41-67 S 7-16-24-26-39
2-Propanol ( <i>iso</i> -Propanol)	82	1.3792	F, Xi	R 11-36-67 S 7-16-24/25-26
2-Butanol	99	1.3978	Xi	R 10-36/37-67 S 7/9-13-24/25-26-46

Destillationsprotokoll:

Destillation von: \_\_\_\_\_

Eingewogene Masse: \_\_\_\_\_ g

Fraktion	Zeit	Ölbad [°C]	Siedetemperatur [°C]	Masse [g]	$n_D^{20}$
1					
2					
3					
4					

Destillationsrückstand: \_\_\_\_\_ g  
 Summe der Massen: \_\_\_\_\_ g  
 Destillationsverlust: \_\_\_\_\_ g

### Recycling und Entsorgung:

Alle Fraktionen werden wieder in die entsprechenden Flaschen zurückgegeben. Der Destillationsrückstand und in der Apparatur verbliebene Reste werden mit wenig Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall gespült.

### Sicherheitshinweise:

Vor Beginn des Versuchs muss die Apparatur vom Assistenten abgenommen werden.

Alle eingesetzten Substanzen sind entzündlich oder leichtentzündlich, sie können die Augen und die Atmungsorgane reizen, 1-Propanol kann zu ernststen Augenschäden führen. Dämpfe können Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

Mögliche Zündquellen entfernen, keine offenen Flammen! Schutzbrille tragen, alle Gefäße sofort wieder verschließen, Substanzen nicht in offenen Gefäßen erhitzen. Hautkontakt vermeiden.

Bei Berührung mit den Augen sofort mit der Augendusche spülen (mindestens 15 Minuten). Assistent verständigen und Arzt konsultieren. Beim Verschlucken von Substanzen ebenfalls Assistent verständigen. Sofort Arzt hinzuziehen und die Versuchsvorschrift mit diesen Hinweisen vorzeigen.