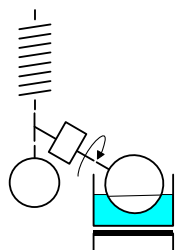


Versuch B2: Isolierung schwerflüchtiger Flüssigkeiten (Benzylalkohol, Benzoessäureethylester) aus Lösungen (Abdestillieren des Lösungsmittels am Rotationsverdampfer)

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 4.2.7



Apparatur: Rotationsverdampfer, 250 ml NS 29 Destillationskolben

Aufbau: Der Rotationsverdampfer ist fest aufgebaut. Das Heizbad (Wasserbad) wird auf 60 °C eingestellt. Am Vakuumanzeiger wird der Solldruck so gewählt, dass das zu destillierende Lösungsmittel einen Siedepunkt von etwa 40 °C besitzt.

Durchführung: Ein 250 ml NS 29-Rundkolben wird leer gewogen. Anschließend werden 100 ml einer Lösung aus Tabelle B2 mit Hilfe eines Trichters in den Kolben gefüllt (mit Messzylinder abmessen!). Es ist darauf zu achten, dass keine Substanzreste auf die Schlifffläche gelangen.

Der Auffangkolben des Rotationsverdampfers muss vor Beginn der Destillation leer sein, um eine Vermischung der destillierten Lösungsmittel zu verhindern.

Der Destillationskolben wird am Steigrohr des Rotationsverdampfers mit einer Schliffklemme befestigt (Schliff nicht fetten!), der Motor eingeschaltet und am Vakuumanzeiger der gewünschte Solldruck eingestellt. Danach wird der Controller gestartet und der Destillationskolben in das Heizbad abgesenkt.

Wenn kein Destillat mehr übergeht das Lösungsmittel entfernt. Zum Abschalten wird zuerst der Destillationskolben aus dem Heizbad gefahren, der Motor abgeschaltet und der Vakuumanzeiger gestoppt. Anschließend wird das Belüftungsventil eingeschaltet. Nach vollständigem Druckausgleich (Druckanzeige beachten!) wird der Destillationskolben abgenommen und der Auffangkolben geleert.

Der Destillationskolben wird zurück gewogen und die erhaltene Masse berechnet. Der erhaltene Destillationsrückstand wird für Versuch B3 aufbewahrt.

Protokollführung: Die Kolbengröße, eingesetzte Menge (hier in ml mit Konzentrationsangabe) sowie die relevanten Parameter der Destillation (Badtemperatur, Druck) sind anzugeben.

Berechnen Sie die zu erwartende Menge an Benzylalkohol bzw. Benzoessäureethylester aus der Konzentrationsangabe auf der Vorratsflasche. Vergleichen Sie die erhaltene Ausbeute mit der erwarteten Menge! Folgerungen? Warum darf der Druck nicht niedriger eingestellt werden?

Tabelle B2: Lösungen zur Destillation am Rotationsverdampfer.

Verbindung	Sdp. [°C] bei Normaldruck	Gefahren- symbol	Sicherheitsdaten (R/S-Sätze)
Benzylalkohol in Cyclohexan	205 81	Xn F, Xn, N	R 20/22, S 26 R 11-38-50/53-65-67 S 9-16-33-60-61-62
Benzoessäureethylester in Ethanol	214 78	Xi F	R 36/38, S - R 11, S 7-16

Recycling und Entsorgung:

Das abdestillierte Lösungsmittel wird in den entsprechenden Sammelbehälter für Recycling-Lösungsmittel gegeben.

Sicherheitshinweise:

Vor Beginn des Versuchs muss eine Einweisung in die Bedienung des Rotationsverdampfers durch den Assistent erfolgen. Der verwendete Glaskolben darf keine Sprünge („Sternchen“) aufweisen: Gefahr der Implosion beim Arbeiten unter Vakuum!

Alle verwendeten Lösungsmittel sind leichtentzündlich. Cyclohexan reizt die Haut, ist sehr giftig für Wasserorganismen und kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben. Cyclohexan kann beim Verschlucken Lungenschäden verursachen, seine Dämpfe können Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen. Benzylalkohol ist gesundheitsschädlich beim Einatmen und bei Berührung mit der Haut. Benzoessäureethylester reizt die Augen und die Haut.

Mögliche Zündquellen entfernen, keine offenen Flammen! Schutzbrille tragen, alle Gefäße sofort wieder verschließen, Substanzen nicht in offenen Gefäßen erhitzen. Hautkontakt vermeiden. Cyclohexan darf auf keinen Fall in das Abwasser gelangen.

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.