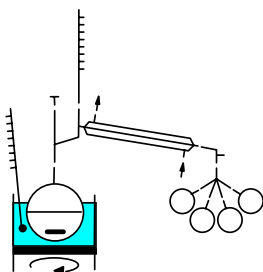


Versuch B3: Destillation von Benzylalkohol bzw. Benzoesäureethylester unter vermindertem Druck

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 4.2



Apparatur: NS 14-Destillationsapparatur mit 50 ml Destillationskolben mit Magnetührstab, Claisenbrücke mit Schlifftemperaturmessung, Spinne und vier 25 ml Vorlagekolben; Magnetührer mit Heizbad und Heizbadthermometer, Hebebühne, Vakuummessgerät im Seitenschluss.

Aufbau: Die 4 Vorlagekolben werden nummeriert und leer gewogen. Der Destillationskolben wird zusammen mit dem Magnetührstab gewogen, anschließend wird der aus Versuch B2 erhaltene Rückstand (Benzylalkohol oder Benzoesäureethylester) mit Hilfe eines Trichters eingefüllt und der beschickte Kolben nochmals gewogen.

Die Destillationsapparatur wird aufgebaut und auf Spannungsfreiheit überprüft. Dabei wird der Destillationskolben in einer Höhe befestigt, dass bei heruntergefahrener Hebebühne der Magnetührer mit Heizbad gerade darunter geschoben werden kann. Anschließend werden bei entferntem Heizbad die Wasserschläuche angeschlossen, gesichert und auf Dichtigkeit überprüft.

Anschließend wird die Destillationsapparatur mit einem Vakuumschlauch an die Vakuumleitung angeschlossen (Sicherheitswaschflasche mit Belüftungshahn dazwischenschalten, Vakuummessgerät mit Hilfe eines T-Stückes im Seitenschluss).

Durchführung: Zuerst wird das kalte Heizbad an den Destillationskolben herangefahren und der Magnetührer eingeschaltet. Erst dann wird der Absperrhahn zur Vakuumleitung langsam geöffnet. Das Destillationsgut darf nicht zu heftig aufschäumen (Lösungsmittelreste!). Erst wenn das Sieden im Destillationskolben nachlässt und sich ein Enddruck < 25 hPa einstellt wird der Destillationskolben vollständig in das Ölbad getaucht und langsam erhitzt.

Die Ölbadtemperatur sollte etwa $20\text{--}30$ °C über dem nach der Faustregel abgeschätzten Siedepunkt der zu destillierenden Substanz liegen.

Wenn der erste Tropfen in den Vorlagekolben fällt, wird die Siedetemperatur und die Ölbadtemperatur 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 Ölbadtemperatur sowie der Druck protokolliert.

Während der Destillation sollte die Ölbadtemperatur möglichst konstant bleiben, eventuell kann sie gegen Ende der Destillation leicht erhöht werden. Druckschwankungen führen zu schwankenden Siedepunkten, im Zweifelsfall wird eine neue Fraktion geschnitten.

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 ist kurz zu beschreiben, insbesondere Apparatur- und Kolbengrößen. Die Einwaage wird angegeben, der Destillationsverlauf wird tabellarisch in einem Destillationsprotokoll zusammengestellt. Die Massen und Brechungsindices der erhaltenen Fraktionen werden ebenfalls protokolliert.

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

Abschließend wird unter Heranziehung aller erhaltenen Daten aus dem Destillationsprotokoll und den Literaturwerten (Tabelle B3) der Hauptlauf bestimmt.

Destillationsprotokoll:

Destillation von: _____

Eingewogene Masse: _____ g

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

Destillationrückstand: _____ g
 Summe der Massen: _____ g
 Destillationsverlust: _____ g

Tabelle B3: Substanzen zur Destillation unter vermindertem Druck:

Verbindung	Sdp. [°C] bei Normaldruck	n_D^{20}	Gefahren- symbol	Sicherheitsdaten (R/S-Sätze)
Benzylalkohol	205	1.5396	Xn	R 20/22, S 26
Benzoessäureethylester	214	1.5057	Xi	R 36/38, S -

Recycling und Entsorgung:

Die Fraktionen mit der reinen Substanz (Hauptlauf) werden in die entsprechenden Sammelflaschen gegeben. Der Destillationsrückstand, verunreinigte Fraktionen und in der Apparatur verbliebene Reste werden mit wenig Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sondermüll gespült.

Sicherheitshinweise:

Vor Beginn des Versuchs muss die Apparatur vom Assistent abgenommen werden. Die verwendeten Glasgeräte dürfen keine Sprünge oder Schläge aufweisen: Gefahr der Implosion beim Arbeiten unter Vakuum!

Benzylalkohol ist gesundheitsschädlich beim Einatmen und bei Berührung mit der Haut. Benzoessäureethylester reizt die Augen und die Haut.

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 einen Arzt hinzuziehen und die Versuchsvorschrift mit diesen Hinweisen vorzeigen.