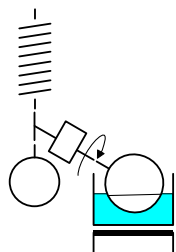


## Versuch B4: Isolierung von Festsubstanzen (Benzil, 9-Fluorenon) aus Lösungen (Abdestillieren des Lösungsmittels am Rotationsverdampfer)

### 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 Vakuumcontroller 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 B4 mit Hilfe eines Trichters in den Kolben gefüllt (mit Messzylinder abmessen!). Es ist darauf zu achten, dass keine Substanzreste auf die Schlieffläche 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 Schlieffklemme befestigt (Schliff nicht fetten!), der Motor eingeschaltet und am Vakuumcontroller der gewünschte Solldruck eingestellt. Danach wird der Controller gestartet und der Destillationskolben in das Heizbad abgesenkt.

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

Zum Abschalten wird zuerst der Destillationskolben aus dem Heizbad gefahren, der Motor abgeschaltet und der Vakuumcontroller gestoppt. Anschließend wird das Belüftungsventil eingeschaltet. Nach vollständigem Druckausgleich (Druckanzeige beachten!) wird der Destillationskolben abgenommen und der Auffangkolben geleert.

Zur Entfernung von Lösungsmittelresten wird der Destillationskolben direkt an die Vakuumleitung angeschlossen und der Destillationsrückstand etwa 1 h im Vakuum getrocknet. Anschließend wird der Kolben zurück gewogen und Masse der erhaltenen Substanz berechnet. Bestimmen Sie den Schmelzpunkt der erhaltenen Festsubstanz. Der erhaltene Feststoff wird für Versuch B6 aufbewahrt.

**Protokollführung:** Die Kolbengröße, eingesetzte Menge (hier in ml) sowie die relevanten Parameter der Destillation (Badtemperatur, Druck) sind zu protokollieren.

Berechnen Sie die zu erwartende Menge an Benzil bzw. 9-Fluorenon aus der Konzentrationsangabe auf der Vorratsflasche. Vergleichen Sie die erhaltene Ausbeute mit der aus der Gehaltsangabe zu erwartenden Menge! Vergleichen Sie den Schmelzpunkt Ihres Produktes mit den Literaturangaben. Folgerungen?

Tabelle B4: Lösungen zur Destillation am Rotationsverdampfer.

Verbindung	Sdp., Schmp. bei Normaldruck	Gefahrensymbol	Sicherheitsdaten (R/S-Sätze)
9-Fluorenon in Essigsäureethylester (Ethylacetat)	Schmp. 81–83 °C Sdp. 77 °C	F, Xi	R -, S - R 11-36-66-67 S 16-26-33
Benzil in Essigsäureethylester (Ethylacetat)	Schmp. 94–95 °C Sdp. 77 °C	Xi F, Xi	R 36/38 R 11-36-66-67 S 16-26-33

### **Recycling und Entsorgung:**

Das abdestillierte Lösungsmittel wird in den Sammelbehälter für Recycling-Ethylacetat gegeben. Die erhaltene Festsubstanz wird für Versuch B6 aufbewahrt.

### **Sicherheitshinweise:**

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

Essigsäureethylester ist leichtentzündlich, reizt die Augen und kann beim Verschlucken Lungenschäden verursachen, seine Dämpfe können Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen. Benzil 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, gegebenenfalls Einmal-Schutzhandschuhe verwenden.

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 Vorschrift mit diesen Hinweisen vorzeigen.