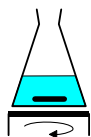


Versuch B5: Umkristallisation von Benzoesäure aus Wasser

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 6.1

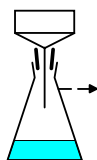
Apparatur: Erlenmeyerkolben mit Uhrglas, elektrische Heizplatte.

Durchführung: In einem 250 ml-Erlenmeyerkolben werden 6.70 g Benzoesäure eingewogen, 3–5 Siedesteinchen dazugegeben und mit etwa 100 ml Wasser versetzt. Der Erlenmeyerkolben wird mit einem Uhrglas abgedeckt und im Abzug auf einer elektrischen Heizplatte erwärmt. In der Siedehitze löst sich schließlich die gesamte Benzoesäure auf, es entsteht eine klare Lösung.



Der Erlenmeyerkolben wird von der Heizplatte genommen und zum Abkühlen auf einen Korkring gestellt. Die gesättigte, heiße Lösung lässt man langsam auf Raumtemperatur abkühlen, dabei kristallisiert die Benzoesäure wieder aus. Die Kristallisation wird vervollständigt, indem man den Erlenmeyerkolben mit der auskristallisierten Benzoesäure noch einige Zeit in ein Eisbad stellt.

Der erhaltene Kristallbrei wird hierauf auf einem Büchnertrichter ($\varnothing \sim 5$ cm) aus Porzellan mit eingelegtem Rundfilter (vorher mit etwas Wasser anfeuchten!) mit Hilfe einer Absaugflasche am Vakuum abgesaugt, portionsweise mit zweimal je 10 ml eiskaltem Wasser gewaschen und schließlich gut trocken gesaugt. Die erhaltenen Kristalle werden möglichst quantitativ in eine tarierte Porzellanschale überführt und gründlich im Exsikkator über Kieselgel (mit Feuchtigkeitsindikator, "Orange-Gel") über Nacht getrocknet.



Bestimmen Sie die Ausbeute und den Schmelzpunkt der umkristallisierten Benzoesäure (Lit.: Schmp. 121–123 °C).

Protokollführung: Die eingesetzten Mengen (Substanz in g, Lösungsmittel in ml), Beobachtungen sowie erhaltene Masse und Schmelzpunkt der umkristallisierten Benzoesäure sind protokollieren.

Vergleichen Sie die erhaltene Ausbeute mit der eingesetzten Substanzmenge, berechnen Sie die Ausbeute der Umkristallisation. Wo befindet sich die verlorene Substanz? Was könnten Sie bei zu geringer Ausbeute tun?

Vergleichen Sie den Schmelzpunkt Ihres Produktes mit den Literaturangaben. Folgerungen?

Recycling und Entsorgung:

Die Mutterlauge (= Filtrat beim Absaugen) wird in den Sammelbehälter für wässrigen, halogenfreien organischen Sonderabfall gegeben. Die erhaltene Benzoesäure wird in die Vorratsflasche zurückgegeben.

Sicherheitshinweise:

Die Benzoesäure-Wasser-Mischung darf nur im Abzug erhitzt werden. Benzoesäure ist gesundheitsschädlich beim Verschlucken und reizt die Augen. Berührung mit der Haut vermeiden.