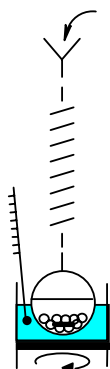


Versuch B6: Umkristallisation von Benzil bzw. 9-Fluorenon im Makromaßstab

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 6.2

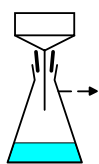
Apparatur: 100 ml NS 29 Rundkolben, NS 29 Rückflusskühler, Magnetrührstab und Magnetrührer mit Hebebühne.

Aufbau: Der Rundkolben mit Magnetrührstab wird in einer Höhe befestigt, dass bei heruntergefahrener Hebebühne der Magnetrührer mit Heizbad gerade darunter geschoben werden kann. Anschließend wird mit Hilfe eines Pulvertrichters die abgewogene Festsubstanz aus Versuch B4 (9-Fluorenon oder Benzil) eingefüllt. Der Rückflusskühler wird aufgesetzt und bei entferntem Heizbad die Wasserschläuche angeschlossen, gesichert und auf Dichtigkeit überprüft.



Durchführung: Über einen Trichter wird etwa zwei Drittel der voraussichtlich benötigten Menge an Lösungsmittel zugegeben (siehe Tab. B6). Das Heizbad wird unter die Apparatur geschoben und der Kolben bis knapp unter den Flüssigkeitsspiegel in das Heizbad getaucht. Das Heizbad wird bis etwa 20 °C über den Siedepunkt des Lösungsmittels erhitzt, das Lösungsmittel muss sieden. Hat sich auch nach 5–10 Minuten unter Rückfluss noch keine klare Lösung gebildet wird weiteres Lösungsmittel in kleinen Portionen zugegeben. Dazwischen muss stets einige Minuten refluxiert werden. Wenn sich alles gelöst hat, notiert man die Menge an benötigtem Lösungsmittel. Das Heizbad wird abgeschaltet und entfernt. Die heiße Lösung lässt man ohne Rühren langsam auf Raumtemperatur abkühlen, dabei scheiden sich Kristalle ab. Die Kristallisation wird durch etwa halbstündiges Kühlen im Eisbad vervollständigt.

Der erhaltene Kristallbrei wird auf einem Büchnertrichter ($\varnothing \sim 5$ cm) aus Porzellan mit eingelegtem Rundfilter (vorher mit etwas Lösungsmittel anfeuchten!) mit Hilfe einer Absaugflasche am Vakuum abgesaugt, nochmals mit wenig eiskaltem Lösungsmittel gewaschen und trocken gesaugt. Die Mutterlauge wird zunächst aufbewahrt (Beschriftet und Verschluss!) und erst nach der Bestimmung der Ausbeute verworfen! Die erhaltenen Kristalle werden möglichst quantitativ in eine tarierte Porzellanschale überführt und im Vakuum-Exsikkator bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Zum Schluss wird der Schmelzpunkt des umkristallisierten Feststoffs bestimmt.



Protokollführung: Die verwendeten Geräte (Art und Größe), die eingesetzten Mengen (Substanz in g, benötigtes Lösungsmittel in ml), erhaltenen Mengen, Farbe und Aussehen sowie der Schmelzpunkt des umkristallisierten Produkts sind anzugeben.

Entscheiden Sie anhand der Massenbilanz, ob eine weitere Aufarbeitung der Mutterlauge nötig wäre. Wie würden Sie diese Aufarbeitung durchführen?

Vergleichen Sie den Schmelzpunkt der Substanz vor und nach der Umkristallisation!

Recycling und Entsorgung:

Die Mutterlauge (= Filtrat beim Absaugen) wird in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall gegeben. Die erhaltenen reinen Feststoffe werden in die aufstehenden Sammelflaschen gegeben.

Tabelle B6: Substanzen und Lösungsmittel zur Umkristallisation im Makromaßstab.

Verbindung	Schmp.	Solvens, benötigte Menge	Sdp. des Solvens
9-Fluorenon	Schmp. 81–83 °C	Ethanol, ca. 2 ml/g Rohprodukt	78 °C
Benzil	Schmp. 94–95 °C	Cyclohexan, ca 2 ml/g Rohprodukt	81 °C

Sicherheitshinweise:

Vor Beginn des Versuchs muss die Apparatur vom Assistenten abgenommen werden. Keine offenen Flammen in der Umgebung. Lösungsmittel dürfen nur in Apparaturen mit Rückflusskühler erhitzt werden.

Alle verwendeten Lösungsmittel sind leichtentzündlich. Cyclohexan reizt die Haut und ist sehr giftig für Wasserorganismen, es kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben. 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 Versuchsvorschrift mit diesen Hinweisen vorzeigen.

Cyclohexan darf auf keinen Fall in das Abwasser gelangen.