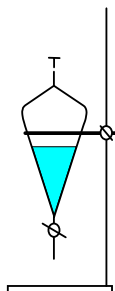


## Versuch B7: Trennung eines Substanzgemisches aus 4-Methylbenzoesäure und Borneol durch Extraktion, Trocknen von organischen Lösungen

### Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 8

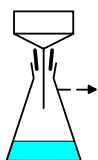


**Apparatur:** Scheidetrichter, Becherglas, Erlenmeyerkolben, 250 ml NS 29 Rundkolben, Büchnertrichter mit Absaugflasche und Rotationsverdampfer.

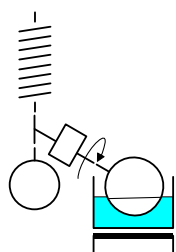
Die aufstehende Lösung enthält je 2.00 g 4-Methylbenzoesäure und rac. Borneol in 100 ml Essigsäureethylester (Ethylacetat).

**Durchführung:** Von der aufstehenden Lösung des Substanzgemisches werden mit einem Messzylinder 100 ml abgemessen und über einen Trichter in einen 250 ml Scheidetrichter gegeben. Anschließend werden 25 ml 2 M Natronlauge hinzu gegeben, der Scheidetrichter mit einem Kunststoffstopfen verschlossen und gut geschüttelt. Man wartet die Phasentrennung ab und trennt die wässrige Phase (untere Phase) in ein 250 ml Becherglas ab. Die im Scheidetrichter verbliebene organische Phase wird nochmals mit 25 ml 2 M Natronlauge extrahiert und die wässrige Phase abgetrennt.

Die organische Phase wird in einen Erlenmeyerkolben abgelassen und mit Natriumsulfat getrocknet. Dazu wird portionsweise solange wasserfreies Natriumsulfat zugegeben bis sich es beim Umschütteln nicht mehr verklumpt bilden. Der Erlenmeyerkolben wird mit einem Uhrglas abgedeckt, beschriftet und etwa 2 h zum Trocknen beiseite gestellt, gelegentlich wird umgeschüttelt.



Die wässrigen Phasen werden vereinigt und vorsichtig mit halbkonzentrierter Salzsäure angesäuert, dabei bildet sich ein farbloser Niederschlag. Zur Vervollständigung der Abscheidung wird etwa 30 Minuten im Eisbad gekühlt, anschließend wird der Niederschlag über einen kleinen Büchnertrichter oder einen Hirschtrichter abgesaugt, mit wenig Eiswasser gewaschen und nochmals gut trocken gesaugt. Der Filterrückstand (die rohe 4-Methylbenzoesäure) wird in eine tarierte Porzellanschale überführt und im Exsikkator über Kieselgel (Orange-Gel) bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.



Von der organischen Phase (sie darf nicht mehr trübe sein) wird mit Hilfe eines Alihn'schen Rohrs und Witt'schen Topfes vom Trockenmittel direkt in einen tarierten 250 ml NS29-Rundkolben abfiltriert und anschließend das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer abdestilliert.

Zur Entfernung von Lösungsmittelresten wird der Destillationskolben mit Hilfe eines Hahn-Aufsatzes an die Vakuumanleitung angeschlossen und der Destillationsrückstand etwa 1 h im Vakuum (ca. 16 hPa) getrocknet. Anschließend wird der Kolben zurück gewogen und Masse der erhaltenen Substanz (= rohes Borneol) berechnet.

Von den beiden erhaltenen Produkten wird jeweils der Schmelzpunkt bestimmt. Die 4-Methylbenzoesäure wird durch Umkristallisation weiter gereinigt (Versuch B8), das Borneol wird im Versuch B9 durch Sublimation gereinigt.

**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 der erhaltenen Produkte sind anzugeben.

Entscheiden Sie anhand der Massenbilanz, ob die Trennung erfolgreich war. Erklären Sie den Ablauf der Trennung. Wie würden Sie vorgehen, wenn die Mischung als weitere Komponente eine basische Substanz (z.B. ein Amin) enthalten würde?

### Recycling und Entsorgung:

Das abdestillierte Lösungsmittel wird in den Sammelbehälter für Recycling-Ethylacetat gegeben. Das Trockenmittel wird in den Sonderabfallbehälter für Feststoffe gegeben. Die Mutterlauge (= Filtrat beim Absaugen) wird in den Sammelbehälter für wässrigen, halogenhaltigen organischen Sonderabfall gegeben. Die erhaltenen Feststoffe werden in den Versuchen B8 und B9 weiter verwendet.

Tabelle B7: Substanzen zur Extraktion.

Verbindung	Gefahrensymbol	R- und S-Sätze	Schmp., Sdp.
4-Methylbenzoesäure	Xn	R 22-36 S -	Schmp. 180–183 °C
<i>rac</i> -Borneol	-	R -, S -	Schmp. 205–208 °C
Essigsäureethylester	F, Xi	R 11-26-66-67 S 16-26-33	Sdp. 77 °C
Natronlauge (2 M)	C	R 35 S 26-36/37/39-45	
Salzsäure (halbkonz.)	C	R 34-37 S 26-36/37/39-45	

### Sicherheitshinweise:

Das Ausschütteln erfolgt im Abzug. Beim Belüften des Scheidetrichters den Auslauf immer gegen die Prallwand des Abzugs richten. Der verwendete Glaskolben zum Abrotieren darf keine Sprünge oder Sternchen aufweisen: Gefahr der Implosion beim Arbeiten unter Vakuum!

Essigsäureethylester ist leicht entzündlich, reizt die Augen und kann beim Verschlucken Lungenschäden verursachen, seine Dämpfe können Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen. 4-Methylbenzoesäure ist gesundheitsschädlich beim Verschlucken und reizt die Augen. Die verwendete 2 M Natronlauge und die halbkonzentrierte Salzsäure sind ätzend.

Mögliche Zündquellen entfernen, keine offenen Flammen beim Umgang mit Essigsäureethylester! 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.