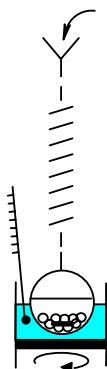


Versuch B8: Umkristallisation von 4-Methylbenzoesäure im Halb- mikromaßstab

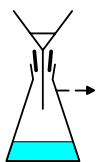
Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 6



Apparatur: 25 ml NS 14 Rundkolben, NS 14 Rückflusskühler, Magnetührstab und Magnetrührer mit Hebebühne.

Aufbau: Der Rundkolben mit Magnetührstab wird in einer Höhe befestigt, dass bei heruntergefahrener Hebebühne der Magnetührer mit Heizbad gerade darunter geschoben werden kann. Anschließend wird mit Hilfe eines Pulvertrichters die abgewogene rohe 4-Methylbenzoesäure aus Versuch B7 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 Ethanol zugegeben (benötigte Menge: ca. 3 ml/g Rohprodukt). 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 am Rückflusskühler kondensieren und zurücktropfen). 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 zum Sieden erhitzt werden. Wenn sich eine klare Lösung gebildet 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.



Hinweis: Falls sich auch nach Zugabe von 4 ml Ethanol/g Rohprodukt keine klare Lösung gebildet hat, enthält das Rohprodukt wahrscheinlich NaCl (woher?). In diesem Fall muss heiß filtriert werden. Bei nur leichter Trübung hilft meist auch die Zugabe von 0.5–1 ml Wasser.

Der erhaltene Kristallbrei wird auf einem Hirschtrichter 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 gründlich im Vakuum-Exsikkator bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

Zum Schluss werden Ausbeute und Schmelzpunkt der umkristallisierten 4-Methylbenzoesäure bestimmt (Schmp. 180–183 °C).

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

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. Folgerung?

Recycling und Entsorgung:

Die Mutterlauge (= Filtrat beim Absaugen) wird in den Sammelbehälter für halogenfreien, organischen Sonderabfall gegeben (Falls bei der Umkristallisation Wasser zugegeben wurde: halogenhaltiger, wässriger organischer Sonderabfall). Die erhaltene reine 4-Methylbenzoesäure wird in die aufstehende Sammelflasche gegeben.

Sicherheitshinweise:

Ethanol ist leicht entzündlich. 4-Methylbenzoesäure ist gesundheitsschädlich beim Verschlucken und reizt die Augen.

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