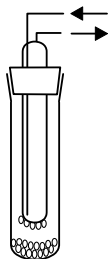


Versuch B9: Sublimation von Borneol im Grobvakuum

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 7



Apparatur: Einfache Sublimationsapparatur, Heizbad mit Hebebühne.

Aufbau: In das tarierte Sublimationsgefäß wird das aus Versuch B7 erhaltene rohe Borneol eingewogen und mit etwas Glaswolle abgedeckt. Das Sublimationsgefäß wird in einer Höhe befestigt, dass bei heruntergefahrener Hebebühne der Magnetrührer mit Heizbad gerade darunter geschoben werden kann. Der Kühlfinger wird eingesetzt. Achten Sie darauf, dass der Kühlfinger möglichst tief im Sublimationsgefäß sitzt, die Glaswolle aber nicht berührt! Bei entferntem Heizbad werden die Wasserschläuche angeschlossen, gesichert und auf Dichtigkeit überprüft.

Anschließend wird die Destillationsapparatur mit einem Vakuumschlauch an die Vakuumleitung angeschlossen (Sicherheitswaschflasche mit Belüftungshahn dazwischenschalten, Vakuummessgerät mit Hilfe eines T-Stückes im Seitenschluss).

Durchführung: Das Sublimationsgefäß wird soweit wie möglich in das kalte Heizbad getaucht. Der Absperrhahn zur Vakuumleitung wird langsam geöffnet. Erst wenn sich ein Enddruck < 25 hPa einstellt hat, wird das Heizbad langsam erhitzt bis die Substanz zu sublimieren beginnt. Die Ölbadtemperatur darf auf keinen Fall den Schmelzpunkt der zu sublimierenden Substanz erreichen! Im Verlauf der Sublimation scheidet sich die zu sublimierende Substanz kristallin am Kühlfinger ab. Die Sublimation ist beendet, wenn sich im Sublimationsgefäß nur noch Verunreinigungen befinden. Das Heizbad wird entfernt und die Sublimationsapparatur nach dem Abkühlen vom Vakuum getrennt und vorsichtig belüftet. Der Sublimationsfinger wird vorsichtig herausgezogen und die abgeschiedene Substanz mit Hilfe eines Spatels sorgfältig in eine tarierte Porzellanschale abgeschabt. Von der gereinigten Substanz werden Ausbeute und Schmelzpunkt bestimmt. Das Sublimationsgefäß wird zusammen mit dem verbliebenen Rückstand zurück gewogen und eine Massenbilanz der Sublimation erstellt.

Ist der Endpunkt der Sublimation nur schwer zu erkennen, wird die Sublimation nach einiger Zeit unterbrochen, die bis dahin abgeschiedene Substanz isoliert und weiter sublimiert. Die Sublimation ist beendet, wenn sich keine weitere Substanz mehr abscheidet.

Protokollführung: Die verwendeten Geräte (Art und Größe), die eingesetzten Mengen, erhaltenen Menge Sublimat, Farbe und Aussehen sowie der Schmelzpunkt des sublimierten Produkts sind zu protokollieren.

Vergleichen Sie den Schmelzpunkt und Aussehen der Substanz vor und nach der Sublimation!

Recycling und Entsorgung:

Das erhaltene reine Borneol wird in die aufstehende Sammelflasche zurückgegeben. Der Sublimationsrückstand wird mit etwas Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall gespült.

Sicherheitshinweise:

Vor Beginn des Versuchs muss die Apparatur vom Assistent abgenommen werden. Die verwendeten Glasgeräte dürfen keine Sprünge oder Sternchen aufweisen: Gefahr der Implosion beim Arbeiten unter Vakuum!