

Einführungspraktikum

zu den

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie

Versuche und Übungen

Kapitel 4: Destillation

- Übungen 4.1-4.7

Destillation unter Normaldruck

- Reinigung flüssiger Verbindungen durch Destillation bei Normaldruck (Abtrennung von hochsiedenden und färbenden Verunreinigungen) (Vers. 4.1)
- Isolierung von festen Produkten aus Lösungen durch Abdestillieren des Lösungsmittels bei Normaldruck in einer einfachen Destillationsapparatur (Vers. 4.2)
- Isolierung flüssiger Verbindungen aus Lösungen niedrig siedender Solventien durch Abdestillieren des Lösungsmittels bei Normaldruck in einer einfachen Destillationsapparatur (Vers. 4.3)

Destillation unter vermindertem Druck

- Isolierung von Festsubstanzen aus Lösungen durch Abziehen der Lösungsmittel am Rotationsverdampfer (Vers. 4.4)
- Isolierung von flüssigen Verbindungen aus Lösungen durch Abziehen der Lösungsmittel am Rotationsverdampfer (Vers. 4.5)
- Reinigung flüssiger Verbindungen durch Destillation unter vermindertem Druck – Wasserstrahl- bzw. Membranpumpenvakuum (Vers. 4.6)
- Destillative Reinigung von flüssigen Verbindungen im „Ölpumpenvakuum“ (Abtrennung von schwerflüchtigen Verunreinigungen) (Vers. 4.7)
- Destillative Reinigung von festen Verbindungen (Vers. 4.8)

Mehrstufigendestillation

- Siedepunktbestimmung idealer und nicht idealer Mischungen (Versuch 4.9)
- Destillative Trennung binärer Mischungen (Vers. 4.10)

Destillation azeotroper Gemische

- Reinigung von *p*-Benzochinon durch Wasserdampfdestillation (Versuch 4.11)
- Trennung eines Gemisches aus *o*- und *p*-Nitrophenol durch Wasserdampfdestillation (Vers. 4.12)
- Isolierung des etherischen Öls aus Kümmel durch Wasserdampfdestillation (Vers. 4.13)

Hinweis: Vor Beginn der Versuche muss das Kapitel 4 in den „Arbeitsmethoden in der organischen Chemie“ durchgearbeitet werden.

Übung 4.1

Zeichnen Sie mit den in Tab. 4.3 der „Arbeitsmethoden“ angegebenen Dampfdrücken für Wasser, *n*-Pentan und *n*-Heptan die jeweiligen Dampfdruckkurven als p/T - und $\log p/ T^{-1}$ -Diagramm.

Ermitteln sie aus den gezeichneten Dampfdruckkurven die Siedepunkte von Wasser bei 1013, 800, 200, 50, 25 und 0.1 hPa.

Übung 4.2

Bestimmen Sie aus dem Nomogramm (Abb. 4.2 in den „Arbeitsmethoden“) die Siedepunkte von Brombenzol, Anilin, Chinolin und Benzophenon bei 1013, 500, 250, 125, 60, 30, 15 und 0.1 hPa. Überprüfen Sie mit den ermittelten Werten die Faustformeln:

- Bei der Druckverminderung um die Hälfte erniedrigt sich der Siedepunkt um 15 °C
- Beim Übergang von Normaldruck auf „Wasserstrahlvakuum“ (16–19 hPa) erniedrigt sich der Siedepunkt um etwa 100 °C.
- Beim Übergang von Normaldruck auf „Ölpumpenvakuum“ (10^{-1} – 10^{-2} hPa) erniedrigt sich der Siedepunkt um etwa 160 °C.

Übung 4.3

Gegeben ist eine Lösung von 120 g 1-Propanol (60 g/mol) in 144 g Wasser. Wie viel Gewichtsprozent 1-Propanol enthält diese Lösung? Welchen Wert besitzen die Molenbrüche x von Wasser und 1-Propanol? Wie viel Molprozent 1-Propanol, wie viel Molprozent Wasser enthält die Lösung?

Übung 4.4

Wie hoch ist der Gesamtdampfdruck einer idealen Mischung aus 108 g *n*-Pentan (72 g/mol) und 350 g *n*-Heptan (100 g/mol) bei 20 °C? Die erforderlichen Dampfdrucke können Sie der in Übung 4.1 gezeichneten Auftragung entnehmen.

Übung 4.5

Welche Mischung von *n*-Pentan und *n*-Heptan siedet bei 60 °C/1013 hPa? Geben Sie das Ergebnis in Molprozent an! Es wird ideales Verhalten angenommen.

$$\Delta H_{\text{verd}}(n\text{-Pentan}) = 25790 \text{ kJ}$$

$$\Delta H_{\text{verd}}(n\text{-Heptan}) = 31694 \text{ kJ}$$

Übung 4.6

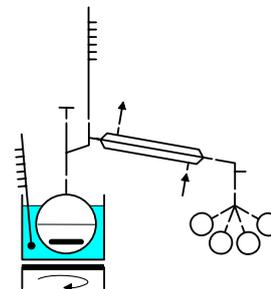
Eine Mischung von 39.8 Mol-% *n*-Pentan und 60.2 Mol-% *n*-Heptan wird destilliert. Welche molare Zusammensetzung hat der erste Tropfen des Destillats?

Übung 4.7

Gegeben ist ein Gemisch einer organischen Verbindung (Molgewicht 100 g/mol) und Wasser. Bei 97 °C erreicht der Gesamtdampfdruck den Normaldruck (1013 hPa), der Partialdruck von Wasser beträgt dabei 912 hPa. Während der Destillation gehen Wasser und organische Verbindung in einem konstanten Verhältnis über (Azeotrope Destillation, Wasserdampfdestillation). Zeigen Sie, dass zur Destillation von einem Mol der organischen Verbindung 162 g Wasserdampf erforderlich sind.

Versuch 4.1 Reinigung flüssiger Verbindungen durch Destillation bei Normaldruck (Abtrennung von hochsiedenden und färbenden Verunreinigungen)

In einer NS 14-Destillationsapparatur (100 ml Destillationskolben, Claisenbrücke, Schliffthermometer, gebogener Vorstoß, Spinne und vier 25 ml Vorlagekolben) werden 40–50 ml einer Verbindung aus Tabelle 4.1 zusammen mit einem Magnetrührstab vorgelegt und destilliert.



Protokollieren Sie den Verlauf der Destillation (siehe Destillationsprotokoll in den „Arbeitsmethoden“, Kap. 4.2). Erstellen Sie eine Massenbilanz, messen Sie die Brechungsindices der einzelnen Fraktionen und beurteilen Sie, ob ein reines Produkt vorliegt.

Hinweis: Um eine exakte Massenbilanz aufstellen zu können, muss das Leergewicht des Destillationskolbens (mit Magnetrührstab) und der Vorlagekolben bestimmt werden. Das Destillationsgut wird in den Destillationskolben eingewogen. Nur so kann die Masse der einzelnen Fraktionen, des Destillationsrückstands und der Verlust errechnet werden!

Recycling und Entsorgung:

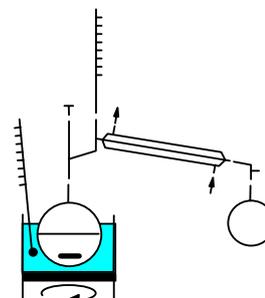
Die Destillate können wieder in die entsprechenden Vorratsflaschen zurückgegeben werden. **Dabei sind Verwechslungen unbedingt auszuschließen!** In der Apparatur verbliebene Substanzreste und der Destillationsrückstand werden mit Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall gespült.

Tabelle 4.1: Verbindungen zur einfachen Destillation unter Normaldruck

Verbindung	Sdp. [°C]	n_D^{20}	Gefahrensymbol	Sicherheitsdaten
1-Butanol	117	1.3993	Xn	R 10-22-37/38-41-67 S 7/9-13-26-37/39-46
2-Butanol	99	1.3978	Xi	R 10-36/37-67 S 7/9-13-24/25-26-46
Cyclohexan	81	1.4266	F, Xn, N	R 11-38-50/53-65-67 S 9-16-33-60-61-62
Essigsäureanhydrid (Acetanhydrid)	140	1.3903	C	R 10-20/22-34 S 26-36/37/39-45
Paraldehyd	124	1.4045	F	R 11 S 9-16-29-33
1-Pentanol (<i>n</i> -Amylalkohol)	138	1.4100	Xn	R 10-20 S 24/25
1-Propanol	97	1.3850	F, Xi	R 11-41-67 S 7-16-24-26-39
2-Propanol (Isopropanol)	82	1.3792	F, Xi	R 11-36-67 S 7-16-24-26
Propionsäure	141	1.3860	C	R 34 S 23-36-45

Versuch 4.2 Isolierung von festen Produkten aus Lösungen durch Abdestillieren des Lösungsmittels bei Normaldruck in einer einfachen Destillationsapparatur (Verbundversuch mit Versuch 6.2 – Umkristallisation)

In einer einfachen NS 14-Destillationsapparatur (250 ml Destillationskolben, Claisenbrücke, Schliffthermometer, gerader Vorstoß und 250 ml Vorlagekolben) werden 100 ml einer Lösung aus Tabelle 4.2 zusammen mit einem Magnetrührstab vorgelegt und zur Trockene eingengt. Gegen Ende der Destillation kann die Heizbadtemperatur etwas gesteigert werden, um das Lösungsmittel weitgehend abdestillieren. Die Heizbadtemperatur darf andererseits nicht zu hoch werden, um eine thermische Zersetzung des Produkts zu vermeiden.



Der nach Destillationsende verbleibende, erkaltete Rückstand wird mit wenig kaltem Cyclohexan aufgeschlämmt und möglichst quantitativ auf einem Hirsch- oder Büchnertrichter abgesaugt. Die noch anhaftenden Solvensreste werden im Vakuumexsikkator entfernt. Bestimmen Sie Ausbeute und Schmelzpunkt des isolierten Produkts.

Hinweis: Bei größeren Lösungsmittelmengen (z.B. bei sehr verdünnten Lösungen) arbeitet man mit einer NS 29-Apparatur und überführt zum Schluss die konzentrierte Lösung in einen kleineren Destillationskolben (mit etwas Solvens nachspülen) und destilliert erneut ab. Einfacher und schneller ist die Destillation mit dem Rotationsverdampfer (siehe Versuch 4.3).

Recycling und Entsorgung:

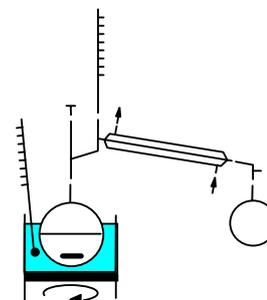
Die abdestillierten Lösungsmittel werden in die aufgestellten jeweiligen Sammelbehälter für Recycling-Lösungsmittel gegeben. Die erhaltenen Feststoffe werden in Versuch 6.2 gereinigt oder ebenfalls in die entsprechenden Vorratsflaschen gegeben. In der Apparatur verbliebene Substanzreste werden mit etwas Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall gespült.

Tabelle 4.2: Lösungen zur Destillation

Lösung	Schmp. bzw. Sdp. [°C]	Gefahrensymbol	Sicherheitsdaten
Benzil in Essigsäureethylester	95 77	Xi F, Xi	R 36/38 R 11-36-66-67 S 16-26-33
Benzoessäure in Ethanol	121-123 78	Xn F	R 22-36 S 24 R 11 S 7-16
Biphenyl in Essigsäureethylester	69-70 77	Xi, N F, Xi	R 36/37/38-50/53 S 23-60-61 R 11-36-66-67 S 16-26-33
9-Fluorenon in Essigsäureethylester	84 81	— F, Xi	R — S — R 11-36-66-67 S 16-26-33
Naphthalin in Cyclohexan	80 81	Xn, N F, Xn, N	R 22-50/53 S36/37-60-61 R 11-38-50/53-65-67 S 9-16-33-60-61-62

Versuch 4.3 Isolierung flüssiger Verbindungen aus Lösungen niedrig siedender Solventien durch Abdestillieren des Lösungsmittels bei Normaldruck in einer einfachen Destillationsapparatur (Verbundversuch mit Versuch 4.6 – Vakuumdestillation)

In einer einfachen NS 14-Destillationsapparatur (100 ml Destillationskolben, Claisenbrücke, Schliffthermometer, gerader Vorstoß und 100 ml Vorlagekolben) werden 60 ml einer Lösung aus Tabelle 4.3 zusammen mit einem Magnetrührstab vorgelegt und das Solvens abdestilliert. Gegen Ende der Destillation kann die Heizbadtemperatur etwas gesteigert werden, um das Lösungsmittel weitgehend abdestillieren. Die Heizbadtemperatur darf andererseits nicht zu hoch werden, um eine thermische Zersetzung des Produkts zu vermeiden.



Hinweis: Bei größeren Lösungsmittelmengen (z.B. bei sehr verdünnten Lösungen) arbeitet man mit einer NS 29-Apparatur und überführt zum Schluss die konzentrierte Lösung in einen kleineren Destillationskolben (mit etwas Solvens nachspülen) und destilliert erneut ab. Einfacher und schneller ist die Destillation mit dem Rotationsverdampfer (siehe Versuch 4.3).

Recycling und Entsorgung:

Die abdestillierten Lösungsmittel werden in die aufgestellten jeweiligen Vorratsflaschen für Recycling-Lösungsmittel gegeben. Die erhaltenen Destillationsrückstände werden in Versuch 4.6 weiter gereinigt oder ebenfalls in die entsprechenden Sammelbehälter gegeben. In der Apparatur verbliebene Substanzreste werden mit etwas Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall gespült.

Tabelle 4.3: Lösungen zur Destillation

Verbindung	Sdp. [°C] / 1013 hPa	n_D^{20}	Gefahren- symbol	Sicherheitsdaten
Benzaldehyd in Cyclohexan	179 81	1.5450	Xn F, Xn, N	R 22 S 24 R 11-38-50/53-65-67 S 9-16-33-60-61-62
Benzoesäureethylester in Ethanol	214 78	1.5057	Xi F	R 36/38 S – R 11 S 7-16
Benzylalkohol in Cyclohexan	205 81	1.5396	Xn F, Xn, N	R 20/22 S 26 R 11-38-50/53-65-67 S 9-16-33-60-61-62

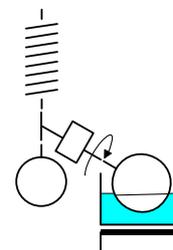
Destillation bei vermindertem Druck

Bei Destillationen unter vermindertem Druck müssen einige Vorsichtsmaßnahmen beachtet werden:

- Dünnwandige oder angeschlagene Glasgeräte (Kolben mit „Sternchen“ etc.) dürfen wegen der Implosionsgefahr auf keinen Fall verwendet werden.
- Vor Inbetriebnahme muss die Apparatur auf Spannungsfreiheit und Funktionssicherheit überprüft werden. Achten Sie auf richtig gefettete Schlißverbindungen und funktionierende Wasserkühlung.
- Zwischen Apparatur und Vakuumpumpe muss eine Sicherheitswaschflasche zwischengeschaltet werden. Bei Destillation im „Ölpumpenvakuum“ müssen Kühlfallen zwischen Apparatur und Pumpe geschaltet werden.
- Zunächst wird vorsichtig Vakuum an die Apparatur angelegt, erst dann darf langsam aufgeheizt werden.

Versuch 4.4 Isolierung von Festsubstanzen aus Lösungen durch Abziehen der Lösungsmittel am Rotationsverdampfer (Verbundversuch mit Versuch 6.2 – Umkristallisation)

Ein 250 ml NS 29-Rundkolben wird leer gewogen. Anschließend werden 100 ml einer Lösung aus Tabelle 4.2 mit Hilfe eines Trichters in den Kolben gefüllt (mit Messzylinder abmessen!). Es ist darauf zu achten, dass keine Substanzreste auf die Schlißfläche gelangen.



Der Auffangkolben des Rotationsverdampfers muss vor Beginn der Destillation leer sein, um die Vermischung der destillierten Lösungsmittel zu verhindern.

Der Destillationskolben wird am Steigrohr des Rotationsverdampfers mit einer Schlißklemme befestigt (Schliß nicht fetten!), der Motor eingeschaltet und am Vakuumcontroller der gewünschte Solldruck eingestellt. Danach wird der Controller gestartet und der Destillationskolben in das Heizbad abgesenkt. Das Ende der Destillation ist erreicht wenn kein Destillat mehr übergeht.

Zum Abschalten wird zuerst der Destillationskolben aus dem Heizbad gehoben, der Motor abgeschaltet und der Vakuumcontroller gestoppt. Anschließend wird das Belüftungsventil eingeschaltet. Nach vollständigem Druckausgleich (Druckanzeige beachten!) wird der Destillationskolben abgenommen und der Auffangkolben geleert.

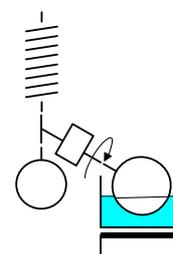
Zur Entfernung von Lösungsmittelresten wird der Destillationskolben am Arbeitsplatz direkt an die Vakuumleitung angeschlossen und der Destillationsrückstand etwa 1 h im Vakuum getrocknet. Anschließend wird der Kolben zurück gewogen und Masse der erhaltenen Substanz berechnet. Bestimmen Sie den Schmelzpunkt der erhaltenen Festsubstanz!

Recycling und Entsorgung:

Die abdestillierten Lösungsmittel werden in die aufgestellten jeweiligen Sammelbehälter für Recycling-Lösungsmittel gegeben. Die erhaltenen Feststoffe werden in Versuch 6.2 gereinigt oder ebenfalls in die entsprechenden Vorratsflaschen gegeben. In der Apparatur verbliebene Substanzreste werden mit etwas Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall gespült.

Versuch 4.5 Isolierung von flüssigen Verbindungen aus Lösungen durch Abziehen der Lösungsmittel am Rotationsverdampfer (Verbundversuch mit Versuch 4.6 – Vakuumdestillation)

Ein 250 ml NS 29-Rundkolben wird leer gewogen. Anschließend werden 100 ml einer Lösung aus Tabelle 4.3 mit Hilfe eines Trichters in den Kolben gefüllt (mit Messzylinder abmessen!). Es ist darauf zu achten, dass keine Substanzreste auf die Schlifffläche gelangen.



Der Auffangkolben des Rotationsverdampfers muss vor Beginn der Destillation leer sein, um die Vermischung der destillierten Lösungsmittel zu verhindern.

Der Destillationskolben wird am Steigrohr des Rotationsverdampfers mit einer Schliffklemme befestigt (Schliff nicht fetten!), der Motor eingeschaltet und am Vakuumcontroller der gewünschte Solldruck eingestellt. Danach wird der Controller gestartet und der Destillationskolben in das Heizbad abgesenkt. Das Ende der Destillation ist erreicht wenn kein Destillat mehr übergeht.

Zum Abschalten wird zuerst der Destillationskolben aus dem Heizbad gefahren, der Motor abgeschaltet und der Vakuumcontroller gestoppt. Anschließend wird das Belüftungsventil eingeschaltet. Nach vollständigem Druckausgleich (Druckanzeige beachten!) wird der Destillationskolben abgenommen und der Auffangkolben geleert.

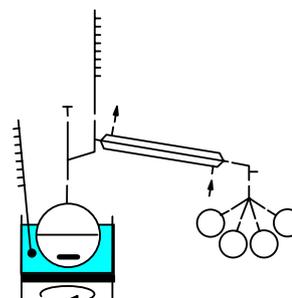
Der Destillationskolben wird zurückgewogen und die erhaltene Masse berechnet. Von dem erhaltenen flüssigen Rohprodukt wird der Brechungsindex bestimmt und protokolliert.

Recycling und Entsorgung:

Die abdestillierten Lösungsmittel werden in die aufgestellten jeweiligen Sammelbehälter für Recycling-Lösungsmittel gegeben. Die erhaltenen Destillationsrückstände werden in Versuch 4.6 weiter gereinigt oder ebenfalls in die entsprechenden Vorratsflaschen gegeben. In der Apparatur verbliebene Substanzreste werden mit etwas Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall gespült.

Versuch 4.6 Reinigung flüssiger Verbindungen durch Destillation unter vermindertem Druck – Wasserstrahl- bzw. Membranpumpenvakuum

In einer NS 14-Destillationsapparatur (100 ml Destillationskolben, Claisenbrücke, Schliffthermometer, gebogener Vorstoß, Spinne und vier 25 ml Vorlagekolben) werden 20-40 ml einer Verbindung aus Tabelle 4.4 zusammen mit einem Magnetrührstab vorgelegt und im Grobvakuum („Wasserstrahlvakuum“) destilliert. Das Manometer wird – wie im Abschnitt 4.3 der „Arbeitsmethoden“ beschrieben – im Nebenschluss geschaltet.



Schätzen Sie vor der Destillation den erwarteten Siedepunkt Ihrer Substanz ab! Protokollieren Sie den Verlauf der Destillation (siehe Destillationsprotokoll in den „Arbeitsmethoden“, Kap. 4.2). Erstellen Sie eine Massenbilanz, messen Sie die Brechungsindices der einzelnen Fraktionen und beurteilen Sie, ob ein reines Produkt vorliegt.

Recycling und Entsorgung:

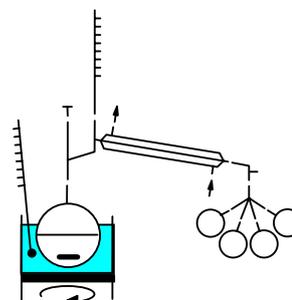
Die Destillate können wieder in die entsprechenden Vorratsflaschen zurückgegeben werden. In der Apparatur verbliebene Substanzreste und der Destillationsrückstand werden mit Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall gespült. Reste, die *o*-Dichlorbenzol enthalten, werden in den Sammelbehälter für halogenhaltigen organischen Sonderabfall gegeben.

Tabelle 4.4: Verbindungen zur einfachen Destillation im Grobvakuum

Verbindung	Sdp. [°C] / 1013 hPa	n_D^{20}	Gefahren- symbol	Sicherheitsdaten
Benzaldehyd	179	1.5450	Xn	R 22 S 24
Benzoesäureethylester	214	1.5057	Xi	R 36/38 S --
Benzylalkohol	205	1.5396	Xn	R 20/22 S 26
<i>o</i> -Dichlorbenzol	180	1.5515	Xn, N	R 22-36/37/38-50/53 S 23-60-61

Versuch 4.7 Destillative Reinigung von flüssigen Verbindungen im „Ölpumpenvakuum“ (Abtrennung von schwerflüchtigen Verunreinigungen)

In einer NS 14-Destillationsapparatur (100 ml Destillationskolben, Claisenbrücke, Schliffthermometer, gebogener Vorstoß, Spinne mit vier 25 ml Vorlagekolben) werden 20-40 ml einer Verbindung aus Tabelle 4.5 zusammen mit einem Magnetrührstab vorgelegt und im Feinvakuum („Ölpumpenvakuum“) destilliert. Zwischen Apparatur und Vakuumpumpe muss eine Kühlfalle geschaltet werden, das Manometer wird im Nebenschluss geschaltet.



Schätzen Sie vor der Destillation den erwarteten Siedepunkt Ihrer Substanz ab! Protokollieren Sie den Verlauf der Destillation (siehe Destillationsprotokoll in den „Arbeitsmethoden“, Kap. 4.2). Erstellen Sie eine Massenbilanz, messen Sie die Brechungsindizes der einzelnen Fraktionen und beurteilen Sie, ob ein reines Produkt vorliegt.

Recycling und Entsorgung:

Die Destillate können wieder in die entsprechenden Vorratsflaschen zurückgegeben werden. In der Apparatur verbliebene Substanzreste und der Destillationsrückstand werden mit Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall gespült.

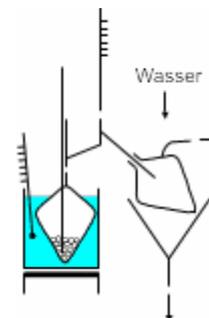
Tabelle 4.5: Verbindungen zur einfachen Destillation im „Ölpumpenvakuum“

Verbindung	Sdp. [°C] / 1013 hPa	n_D^{20}	Gefahren- symbol	Sicherheitsdaten
1-Acetylnaphthalin	301	1.6257	Xn	R 22-52/53 S 61
Adipinsäurediethylester	244-245	1.4277	--	-- S 24
Ethylenglycol	198	1.4318	Xn	R 22
Glycerin	290	1.4740	--	--
1-Methylnaphthalin	244-245	1.6159	Xn, N	R 22-51/53 S 61
Phthalsäurediethylester	296	1.5022	--	--
Phthalsäuredimethylester	284	1.5138	--	--
Zimtsäureethylester	271	1.5585	--	--

Versuch 4.8 Destillative Reinigung von festen Verbindungen

Etwa 15–20 g einer Festsubstanz aus Tabelle 4.6 sollen bei vermindertem Druck durch Feststoffdestillation gereinigt werden. Benutzen Sie eine der Varianten der Feststoffdestille („Arbeitsmethoden“, Kap. 4.2.8).

Schätzen Sie vor der Destillation den erwarteten Siedepunkt Ihrer Substanz ab und entscheiden Sie sich für einen geeigneten Destillationsdruck. Das Manometer wird im Nebenschluss geschaltet. Falls im „Ölpumpenvakuum“ destilliert wird, muss eine Kühlfalle zwischen Apparatur und Pumpe geschaltet werden.



Protokollieren Sie den Verlauf der Destillation und die Ausbeute. Bestimmen Sie die Schmelzpunkte der rohen und der gereinigten Substanz und beurteilen Sie den Reinigungseffekt.

Recycling und Entsorgung:

Die gereinigten Substanzen können wieder in die entsprechenden Vorratsflaschen zurückgegeben werden. In der Apparatur verbliebene Substanzreste und der Destillationsrückstand werden mit Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall gespült.

Tabelle 4.6: Verbindungen zur Feststoffdestillation

Verbindung	Schmp. [°C]	Sdp. [°C] / 1013 hPa	Gefahrensymbol	Sicherheitsdaten
2-Acetylnaphthalin	52-54	301	N	R 52/53 S 61
Benzhydrol	63-65	298	--	--
Benzophenon	47-49	305	N	R 50/53 S 61
Biphenyl	69-70	255	Xi, N	R 36/37/38-50/53 S 23-60-61
Fluoren	113-115	295	--	--
Glutarsäure	94-97	303	Xi	R 36 S 22-26
2-Methoxynaphthalin	70-73	274	--	--
Naphthalin	79-81	218	Xn, N	R 22-50/53 S36/37-60-61
1-Naphthol	95-97	278-280	Xn	R 21/22-37/38-41 S 22-26-37/39
2-Naphthol	121-123	285	Xn, N	R 20/22-50 S 24/25-61
Phenanthren	97-99	338	N	R 50/53 S 24/25-61

Versuch 4.9 Siedepunktbestimmung idealer und nicht idealer Mischungen

Bestimmen Sie von einem der beiden binären Gemische aus Tabelle 4.7 die Siedepunkte der Zusammensetzung 20%, 40%, 60% und 80% (jeweils Mol-%) im „Makromaßstab“:

In die Apparatur (50-ml-Rundkolben mit kleinem Magnetrührstab, *Anschütz-*aufsatz, Innenthermometer mit Quickfit und aufgesetztem Rückflusskühler) werden etwa 20 ml einer Substanzprobe aus Tab. 4.7 gegeben und im Heizbad unter Rühren langsam erhitzt. Dabei darf der Kolben nur bis zum Flüssigkeitsspiegel in das Heizbad eintauchen (warum?).



Wenn die Probe etwa 5 Minuten refluxiert, wird am Innenthermometer im Dampfraum die Siedetemperatur abgelesen. Notieren Sie im Protokoll auch die Badtemperatur!

Tragen sie die erhaltenen Siedepunkte der Mischung und die Siedepunkte der reinen Verbindungen gegen den Molenbruch auf. Handelt es sich um eine ideale oder eine nicht ideale Mischung?

Recycling und Entsorgung:

Die Mischungen können nach Gebrauch wieder in die entsprechenden Vorratsflaschen zurückgegeben werden. In der Apparatur verbliebene Substanzreste und der Destillationsrückstand werden mit Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall gespült.

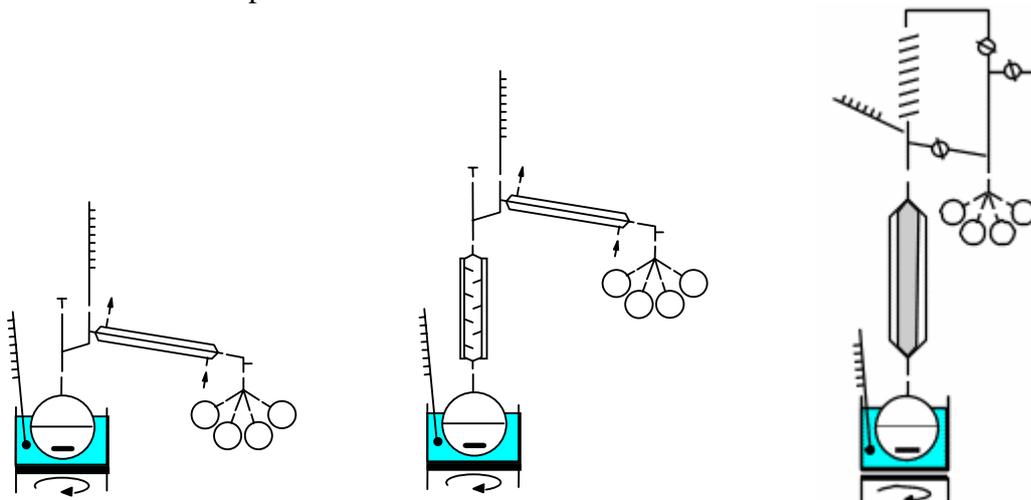
Tabelle 4.7: Verbindungen zur Siedepunktbestimmung und Destillation von Mischungen

Verbindung	Sdp. [°C]	n_D^{20}	Gefahrensymbol	Sicherheitsdaten
Mischung 1:				
Methanol	65	1.3228	F, T	R 11-23/24/25-39/23/24/25 S 7-16-36/37-45
2-Propanol	82	1.3792	F, Xi	R 11-36-67 S 7-16-24-26
Mischung 2:				
Essigsäureethylester	77	1.3722	F, Xi	R 11-36-66-67 S 16-26-33
Methylcyclohexan	101	1.4235	F, Xn, N	R 11-38-50/53-65-67 S 9-16-33-61-62

Versuch 4.10 Destillative Trennung binärer Mischungen

Eines der beiden binären Gemische Methanol/2-Propanol bzw. Essigsäureethylester/Methylcyclohexan (Tab. 4.7) soll destillativ getrennt werden. Dazu werden folgende Destillationsapparaturen untersucht:

- Einfache Destillationsapparatur mit Spinne
- 20-cm Vigreux-Kolonne mit Destillationsbrücke
- 60 cm verspiegelte Füllkörper-Kolonne mit Vakuummantel und aufgesetztem Kolonnenkopf



Wiegen Sie jeweils genau 160 g einer 1:1 Mischung in einen tarierten 250 ml Destillationskolben mit Magnetrührstab und führen Sie die Destillation in einer der drei Apparaturen durch. Wenn sich der Siedepunkt kontinuierlich ändert, schneidet man willkürlich Fraktionen von etwa 30 ml.

Die einzelnen Fraktionen werden gewogen, die Brechungsindizes bestimmt und daraus die molare Zusammensetzung der Fraktion bestimmt. Führen Sie ein exaktes Destillationsprotokoll:

Fraktion Nr.	Sdp.[°C] (Mittelwert)	Destillat [g]	Gesamtdestillat [g]	n_D^{20}	Ethylacetat Mol-%	Toluol Mol-%
1	77	9.9	9.9	1.37445	98	2
2	79	10.7	20.6	1.3818	92	8
		usw.				

Stellen Sie das Ergebnis der Destillation graphisch dar:

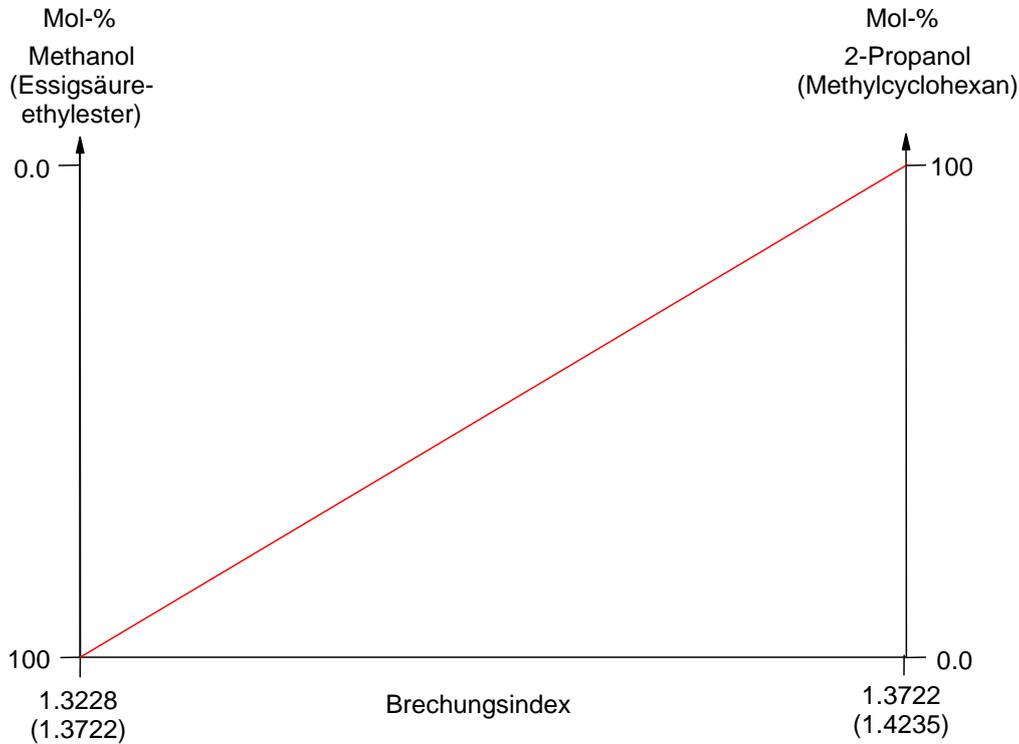
Auftragung 1:

- Abszisse: Destillationsgut in g (0.0 bis 160 g)
- Ordinate: Siedetemperatur der Fraktion(Mittelwert)

Auftragung 2:

- Abszisse: Destillationsgut in g (0.0 bis 160 g)
- Ordinaten: Zusammensetzung der Fraktion in Mol-% (links: Komponente A, rechts Komponente B)

Hinweis: Der Brechungsindex einer binären Mischung hängt linear von der Konzentration (in Mol-%) ab. Somit lassen sich die Zusammensetzungen der einzelnen Fraktionen rechnerisch oder graphisch aus ihren Brechungsindices bestimmen.

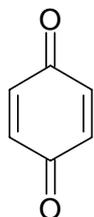


Recycling und Entsorgung:

Die Destillate werden – nach binären Gemischen getrennt – in einen der aufgestellten Recycling-Sammelbehälter gegeben. In der Apparatur verbliebene Substanzreste und der Destillationsrückstand werden mit Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall gespült.

Destillation azeotroper Gemische

Versuch 4.11 Reinigung von *p*-Benzochinon durch Wasserdampfdestillation

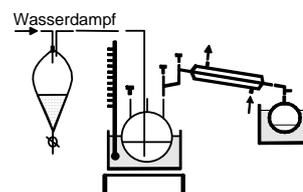


p-Benzochinon

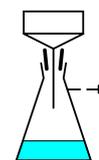
Schmp. 115 °C, Dampfdruck: 15 hPa bei 5 °C

[T, N] R 23/25-36/37/38-50, S 26-28-45-61

Etwa 10 g rohes, dunkel gefärbtes *p*-Benzochinon wird in einem 250 ml-Dreihalskolben mit 3 NS 29 Schliffen in etwa 50 ml dest. Wasser suspendiert. Auf die rechte Schlifföffnung wird eine NS 29-Destillationsbrücke mit absteigendem Kühler aufgesetzt (ohne Thermometer, mit 500 ml-Kolben als Vorlage). Die linke Schlifföffnung wird verschlossen, auf die mittlere Schlifföffnung wird das Dampfleitungsrohr mit einem durchbohrten Gummistopfen oder Quickfit-Verschluss gesetzt. Die Vorlage wird bis zum Schliffansatz im Eisbad gekühlt, der Destillationskolben im siedenden Wasserbad (Alutopf mit Heizplatte) erhitzt. Nun wird aus dem Wasserdampf-generator ein kräftiger Dampfstrom eingeleitet. Es muss darauf geachtet werden, dass der Dampf in der Destillationsbrücke vollständig kondensiert.



Wenn kein Produkt mehr übergeht (benötigte Dampfmenge: etwa 200–300 ml Wasser) bricht man die Wasserdampfdestillation ab. Den Vorlagekolben lässt man noch etwa 15 Minuten im Eisbad stehen und saugt dann über einen Büchnertrichter ab. Das gereinigte *p*-Benzochinon wird im nicht evakuierten (warum?) Exsikkator über CaCl₂ oder Kieselgel getrocknet und die Ausbeute sowie der Schmelzpunkt bestimmt.

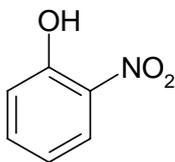


Hinweis: Arbeiten Sie unter dem Abzug. Verwenden Sie Einmalhandschuhe, um direkten Hautkontakt mit dem Benzochinon zu vermeiden.

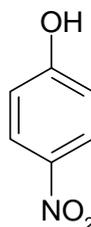
Recycling und Entsorgung:

Das gereinigte und getrocknete *p*-Benzochinon wird wieder in die entsprechende Vorratsflasche zurückgegeben. Das wässrige Filtrat muss in den wässrigen, halogenfreien organischen Sonderabfall gegeben werden. In der Apparatur verbliebene Substanzreste und der Destillationsrückstand werden mit Aceton in den Sammelbehälter für wässrigen, halogenfreien organischen Sonderabfall gespült.

Versuch 4.12 Trennung eines Gemisches aus *o*- und *p*-Nitrophenol durch Wasserdampfdestillation

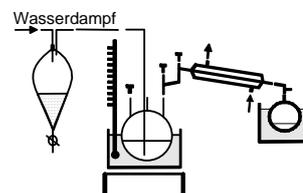


o-Nitrophenol
Schmp. 45 °C, Sdp. 214 °C
[Xi] R 38

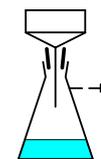


p-Nitrophenol
Schmp. 114 °C, Sdp. 279 °C (Zers.)
[Xn] R 20/21/22-33, S 28

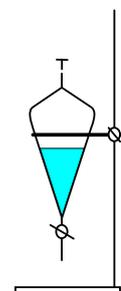
20.0 g eines *o*-/*p*-Nitrophenol-Gemisches werden in einer Wasserdampfdestillationsapparatur (1 l-3-Halskolben, NS 29-Destillationsbrücke, 1 l-Vorlagekolben, Dampfeinleitungsrohr) in 400 ml Wasser suspendiert und, wie in Versuch 4.11 beschrieben, der Wasserdampfdestillation unterworfen. Es wird solange destilliert, bis kein gelbliches Öl mehr übergeht.



Nach dem Abkühlen wird das übergegangene Produkt abgesaugt und im Exsikkator über CaCl₂ oder Kieselgel getrocknet. Bestimmen Sie die Ausbeute und charakterisieren Sie das Produkt durch den Schmelzpunkt.



Der wässrige Destillationsrückstand wird gut gekühlt und dann dreimal mit je 50–75 ml Essigsäureethylester ausgeschüttelt. Die organischen Phasen werden vereinigt und über Na₂SO₄ getrocknet. Nach dem Abdestillieren des Solvens am Rotationsverdampfer wird der verbliebene Rückstand in wenig Cyclohexan aufgeschlämmt, über einen Büchnertrichter abgesaugt und im Vakuum-Exsikkator getrocknet. Bestimmen Sie die Ausbeute und charakterisieren Sie das Produkt durch den Schmelzpunkt.



Welche Zusammensetzung hatte das *o*-/*p*-Nitrophenol-Gemisch? Erklären Sie, warum sich die beiden Isomeren trennen lassen!

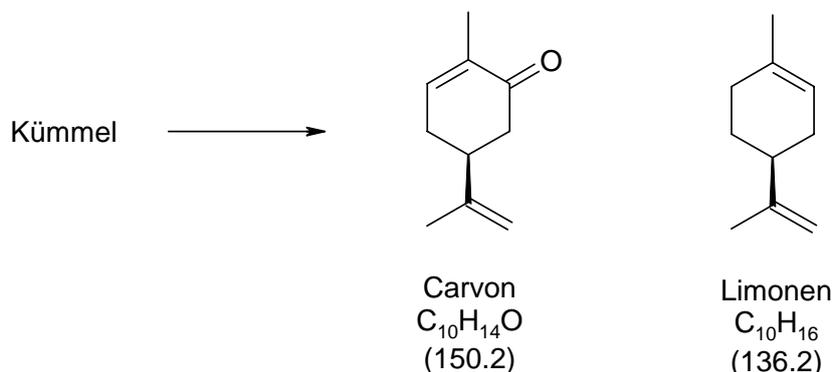
Hinweis: Arbeiten Sie unter dem Abzug. Verwenden Sie Einmalhandschuhe, um direkten Hautkontakt mit den Nitrophenolen zu vermeiden.

Recycling und Entsorgung:

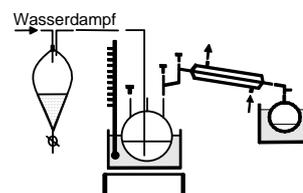
Die gereinigten Nitrophenole werden in die entsprechenden Vorratsflaschen gegeben. Das wässrige Filtrat und die wässrige Phase der Extraktion werden in den wässrigen, halogenfreien organischen Sonderabfall gegeben. Das organische Filtrat und in der Apparatur verbliebene Substanzreste werden mit Aceton in den Sammelbehälter für wässrigen, halogenfreien organischen Sonderabfall gespült.

Der abdestillierte Essigsäureethylester wird in den Recycling-Sammelbehälter gegeben.

Versuch 4.13 Isolierung des etherischen Öls aus Kümmel durch Wasserdampfdestillation



In einem 500 ml NS29-3-Halskolben werden 50.0 g gemahlener Kümmel in 150 ml Wasser suspendiert. Auf die rechte Schlifföffnung wird eine NS29-Destillationsbrücke mit absteigendem Kühler und 250 ml Vorlagekolben aufgesetzt (ohne Thermometer und Rührstab!). Die linke Schlifföffnung wird verschlossen, durch die mittlere Schlifföffnung wird das Dampfeinleitungsrohr durch einen Gummistopfen oder Quickfit geführt.



Der Destillationskolben wird so befestigt, dass eine elektrische Heizplatte mit Wasserbad darunter geschoben werden kann. Der Vorlagekolben wird mit einer Eis/Wassermischung gut gekühlt.

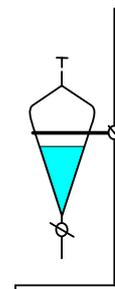
Zwischen Dampferzeuger und Einleitungsrohr wird ein Scheidetrichter geschaltet, unter dessen Auslasshahn wird ein 500 ml Erlenmeyerkolben gestellt.

Der Auslasshahn des Scheidetrichters wird geöffnet und das Wasserbad zum Sieden erhitzt. Erst wenn das Wasserbad siedet wird der Dampferzeuger eingeschaltet. Wenn sich ein ausreichender starker Dampfstrom entwickelt hat, wird der Auslasshahn am Scheidetrichter geschlossen, der Dampf strömt jetzt durch den Destillationskolben. Es wird solange destilliert, bis kein Öl mehr übergeht. (Das übergehende Destillat muss klar werden, es werden 100–150 ml Destillat gesammelt).

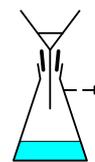
Der Ablasshahn am Scheidetrichter wird wieder geöffnet (Achtung: Verbrühungsgefahr!), danach das Heizbad und der Wasserdampferzeuger abgeschaltet.

Nach dem Abkühlen werden ca. 5 g Natriumchlorid (Kochsalz, zur besseren Phasentrennung) in das übergegangene Destillat gegeben und gelöst, danach wird das Destillat in einen 250 ml Scheidetrichter überführt. Der Vorlagekolben wird mit 20 ml Cyclohexan ausgespült, das Cyclohexan wird ebenfalls in den Scheidetrichter gegeben. Es wird kräftig geschüttelt. Nach der Phasentrennung wird die wässrige Phase (untere Phase) in einen 250 ml Erlenmeyerkolben abgelassen.

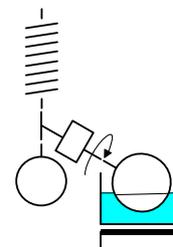
Die organische Phase wird in einem 100 ml Erlenmeyerkolben abgelassen, mit einem Uhrglas abgedeckt und beiseite gestellt.



Die wässrige Phase wird wieder in den Scheidetrichter gegeben, der Erlenmeyerkolben mit 20 ml Cyclohexan nachgespült und das Cyclohexan ebenfalls in den Scheidetrichter überführt. Nun wird nochmals ausgeschüttelt, nach der erfolgten Trennung der Phasen wird die Wasserphase wieder abgelassen, die organische Phase wird zur 1. Fraktion im 100 ml Erlenmeyerkolben gegeben.



Zur organischen Phase gibt man etwas Natriumsulfat, deckt den Erlenmeyerkolben wieder mit einem Uhrglas ab und lässt ihn unter gelegentlichem Umschwenken 2 h stehen. Die so getrocknete organische Phase wird vom Natriumsulfat über einen Hirschtrichter abgesaugt (Das Natriumsulfat mit ca. 10 ml Cyclohexan nachwaschen!), in einen tarierten 100 ml NS 29-Rundkolben überführt und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer abdestilliert.



Der verbleibende Rückstand ist das Kümmelöl. Bestimmen Sie die Ausbeute in g!

Recycling und Entsorgung:

Der Destillationsrückstand (Kümmel in Wasser) kann in das Abwasser gegeben werden. Die wässrige Phase der Extraktion enthält Cyclohexan und Natriumchlorid, sie wird deshalb in den Sammelbehälter für wässrigen, halogenhaltigen organischen Sonderabfall gegeben. Das abdestillierte Cyclohexan wird in den Sammelbehälter für Recycling-Cyclohexan gegeben.