

1.1

Einführung in die Laboratoriumstechnik

Trocknung einiger organischer Lösemittel

Chloroform:

Chloroform kann über Calciumchlorid oder Phosphorpentoxid (Phosphor(V)-oxid) getrocknet werden; hernach wird destilliert und falls erforderlich mit Molekularsieb 4A weiterhin getrocknet.

Diethylether:

Die Trocknung erfolgt durch mehrtägiges Stehen über Calciumchlorid, anschließend wird abfiltriert und solange Natriumdraht eingepresst, bis der Draht blank bleibt. Weiterhin kann mit Molekularsieb 4A getrocknet werden.

Ethanol:

Man gibt Natrium und Phthalsäurediethylester zu und kocht unter Rückfluss; nach Abdestillieren über eine kurze Kolonne kann der Restgehalt an Wasser durch dynamische Trocknung mit Molekularsieb 3A noch weiter gesenkt werden. Ferner können zur Trocknung Magnesium, Calciumoxid oder Bariumoxid verwandt werden.

Methylenchlorid:

Methylenchlorid wird mit Kaliumcarbonat getrocknet und anschließend destilliert.

Toluol:

Toluol kann durch azeotrope Destillation getrocknet werden, wobei die ersten 10% des Destillats verworfen werden. Besser wird das Wasser mit Molekularsieb 4A oder durch Einpressen von Natriumdraht entfernt.

Tetrahydrofuran:

Tetrahydrofuran (THF) wird unter Rühren vorsichtig mit 5 Vol.-% konzentrierter Schwefelsäure versetzt und anschließend zwei Stunden unter Rückfluss erhitzt. Nach dem Abkühlen wird unter kräftigem Rühren festes Kaliumhydroxid eingetragen und gewartet, bis die Plätzchen weitgehend zerfallen sind. Der Vorgang wird so oft wiederholt, bis das zugesetzte Kaliumhydroxid auch beim Stehen über Nacht seine Form behält. Man filtriert, gibt Natrium in kleinen Stücken zu und erhitzt erneut unter Rückfluss, bis die Natriumstücke blank bleiben. Nach dem Abdestillieren presst man Natriumdraht ein. Eine Trocknung mit Molekularsieb 4A ist ebenso möglich.

n-Pentan:

Nach dem Trocknen mit Kaliumhydroxid wird destilliert. Eine Feintrocknung kann durch Einpressen von Natrium, durch Zusatz von Calciumhydrid oder über Molekularsieb 4A erfolgen.

Literatur

- [1] *Organikum*, Johann Ambrosius Barth Verlag, **1996**.
- [2] W. L. F. Armarego, C. L. L. Chai, *Purification of laboratory chemicals*, Elsevier Inc., **2009**.