

1.4

Trennung von Benzoesäure und Methylorange

Chemikalien

10 g Benzoesäure	R: 22, 36, 37, 38, 42/43 S: 22, 26, 36, 37	$F_p = 122\text{ °C}$ Sublimation ab 100 °C im Vakuum
0,2 g Methylorange	R: 25 S: 36, 37, 39, 45	
80 mL Natronlauge ($c = 1\text{ mol L}^{-1}$)	R: 34 S: 2, 26, 27, 37, 39	
Salzsäure	R: 34, 37 S: 2, 26	
<i>n</i> -Pentan	R: 11 S: 9, 16, 29, 33	$K_p = 36\text{ °C}$

R 11:	Leichtentzündlich
R 22:	Gesundheitsschädlich beim Verschlucken
R 25:	Giftig beim Verschlucken
R 34:	Verursacht Verätzungen
R 36:	Reizt die Augen
R 37:	Reizt die Atmungsorgane
R 38:	Reizt die Haut
R 42/43:	Sensibilisierung durch Einatmen und Hautkontakt möglich
S 2:	Darf nicht in die Hände von Kindern gelangen
S 9:	Behälter an einem gut gelüfteten Ort aufbewahren
S 16:	Von Zündquellen fernhalten – Nicht rauchen
S 22:	Staub nicht einatmen
S 26:	Bei Berührung mit den Augen gründlich mit Wasser ausspülen und Arzt konsultieren
S 27:	Beschmutzte, getränkte Kleider sofort ausziehen
S 33:	Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladung treffen
S 33:	Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladung treffen
S 36:	Bei der Arbeit geeignete Schutzkleidung tragen
S 37:	Geeignete Schutzhandschuhe tragen
S 39:	Schutzbrille/Gesichtsschutz tragen
S 45:	Bei Unfall oder Unwohlsein sofort Arzt hinzuziehen

Skizze

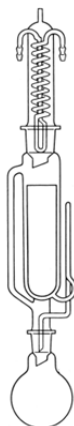
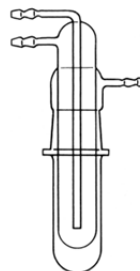


Abb. 1 SOXHLET-Extraktor [1]



Sublimationsapparat [1]

Trennung durch Umkristallisation

Die Stofftrennung durch Umkristallisation beruht auf der unterschiedlichen Löslichkeit der zu trennenden Substanzen in einem gegebenen Lösemittel in Abhängigkeit von der Temperatur.

In einem Kolben wurde 1 g Gemisch in der Siedehitze in Wasser gelöst; dazu wurde gerade so viel Wasser verwendet, dass eine klare Lösung entstand. Die Lösung wurde zunächst langsam auf Raumtemperatur abgekühlt. Danach wurde die Kristallisation im Eisbad vervollständigt. Die in der Kälte ausfallenden Kristalle wurden über einem BÜCHNER-Trichter (Nutsche) abfiltriert, im Exsikkator getrocknet und anschließend gewogen. Das kristalline Produkt war sichtlich noch mit etwas Methylorange verunreinigt.

Einwaage an Gemisch:	1,00 g
theoretische Ausbeute an Benzoesäure:	0,98 g
Literaturausbeute an Benzoesäure:	0,96 g (98% der Theorie)
experimentelle Ausbeute an Benzoesäure:	0,87 g (88,8% der Theorie, 90,6% der Literatur)
Literaturschmelzpunkt:	121 °C
experimenteller Schmelzpunkt:	119-120 °C

Trennung durch Umfällung

1 g Gemisch wurde in 40 mL Natronlauge gelöst und anschließend mit halbkonzentrierter Salzsäure gefällt. Der Niederschlag wurde über einem BÜCHNER-Trichter abfiltriert, mit Wasser gewaschen, getrocknet und gewogen. Das pulverförmige Produkt war sichtlich noch mit Methylorange verunreinigt.

Einwaage an Gemisch:	1,00 g
theoretische Ausbeute an Gemisch:	1,00 g
Literaturausbeute an Gemisch:	0,75 g (75% der Theorie)
experimentelle Ausbeute an Gemisch:	0,72 g (72% der Theorie, 96% der Literatur)

Zum Vergleich wurde erneut 1 g Gemisch in 40 mL Natronlauge gelöst und etwa 1 g Aktivkohle zur Absorption von Methylorange hinzugegeben. Nach dem Abfiltrieren der Aktivkohle über Celite® im BÜCHNER-Trichter wurde durch Zugabe von Salzsäure zur klaren Lösung ausgefällt. Der reine weiße Niederschlag wurde abfiltriert, mit Wasser gewaschen, getrocknet und gewogen.

Einwaage an Gemisch:	1,00 g
theoretische Ausbeute an Benzoesäure:	0,98 g
Literaturausbeute an Benzoesäure:	0,74 g (75% der Theorie)
experimentelle Ausbeute an Benzoesäure:	0,71 g (72,4% der Theorie, 95,9% der Literatur)
Literaturschmelzpunkt:	121 °C
experimenteller Schmelzpunkt:	120-121 °C

Trennung durch Extraktion

Die Trennung durch Extraktion beruht auf der unterschiedlichen Löslichkeit der zu trennenden Substanzen in einem gegebenen Lösemittel, hier *n*-Pentan.

In einem SOXHLET-Extraktor (Abb. 1) wurden 2 g Gemisch mit *n*-Pentan etwa drei Stunden extrahiert. Hernach wurde das Lösemittel im Rotationsverdampfer entfernt, die reine weiße Substanz getrocknet und gewogen.

Einwaage an Gemisch:	2,00 g
theoretische Ausbeute an Benzoesäure:	1,96 g
Literaturausbeute an Benzoesäure:	1,92 g (98% der Theorie)
experimentelle Ausbeute an Benzoesäure:	1,84 g (93,9% der Theorie, 95,8% der Literatur)
Literaturschmelzpunkt:	121 °C
experimenteller Schmelzpunkt:	120-121 °C

Trennung durch Sublimation

Die Sublimation beruht auf der Eigenschaft einiger Substanzen, ohne Zersetzung direkt vom festen in den gasförmigen Zustand überzugehen. Durch unterschiedliche Sublimationstemperaturen der Substanzen können diese getrennt werden.

Es wurden 0,2 g Gemisch in einer Sublimationsapparatur (Submille, Abb. 1) bei 100 °C im Vakuum sublimiert. Beim Entfernen des Kühlfingers löste sich etwas des nadelförmigen weißen Produktes, so dass die Ausbeute geringer ausfiel als erwartet.

Einwaage an Gemisch:	0,20 g
theoretische Ausbeute an Benzoesäure:	0,196 g
Literaturausbeute an Benzoesäure:	0,19 g (98% der Theorie)
experimentelle Ausbeute an Benzoesäure:	0,15 g (76,5% der Theorie, 78,9% der Literatur)
Literaturschmelzpunkt:	121 °C
experimenteller Schmelzpunkt:	121 °C

Literatur

- [1] *Organikum*, Johann Ambrosius Barth Verlag, Leipzig, **1996**.