

1.6.2

Extraktion von Propionsäure aus wässriger Lösung mit *tert*-Butylmethylether

Chemikalien

| | | |
|--------------------------------------|---|---------------------|
| 4 g (54 mmol) Propionsäure | R: 10, 34 S: 2, 23, 26 | $K_p=141\text{ °C}$ |
| 200 mL <i>tert</i> -Butylmethylether | R: 11, 36, 37, 38 S: 9, 16, 26, 29, 33, 36 | $K_p=55\text{ °C}$ |

| | |
|-------|--|
| R 10: | Entzündlich |
| R 11: | Leichtentzündlich |
| R 34: | Verursacht Verätzungen |
| R 35: | Verursacht schwere Verätzungen |
| R 36: | Reizt die Augen |
| R 37: | Reizt die Atmungsorgane |
| R 38: | Reizt die Haut |
| S 2: | Darf nicht in die Hände von Kindern gelangen |
| S 16: | Von Zündquellen fernhalten – Nicht rauchen |
| S 23: | Dampf nicht einatmen |
| S 26: | Bei Berührung mit den Augen gründlich mit Wasser ausspülen und Arzt konsultieren |
| S 29: | Nicht in die Kanalisation gelangen lassen |
| S 33: | Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladung treffen |
| S 36: | Bei der Arbeit geeignete Schutzkleidung tragen |

Durchführung

Zunächst wurde eine Einmalextraktion durchgeführt: 2,0 g Propionsäure wurden in 50 mL Wasser gelöst und zusammen mit 100 mL *tert*-Butylmethylether in einen Scheidetrichter gegeben. Der Scheidetrichter wurde mehrere Male kräftig geschüttelt und zwischendurch mehrfach belüftet. Die wässrige Phase wurde durch den Hahn abgelassen und verworfen. Die organische Phase wurde im Rotationsverdampfer abgedampft, wobei die reine Propionsäure zurückblieb.

Zum Vergleich wurde eine Mehrfachextraktion durchgeführt, bei der fünfmal mit je 20 ml *tert*-Butylmethylether extrahiert wurde, anstatt einmal mit 100 mL. Auch hier wurde die wässrige Phase verworfen und aus der organischen Phase der *tert*-Butylmethylether abdestilliert, so dass die reine Propionsäure zurückblieb.

Auswertung

Im Vergleich zwischen beiden Methoden kann die Mehrfachextraktion bei gleichem Lösemittelverbrauch als die wirkungsvollere gelten.

| | |
|---|---------------------------------------|
| Einwaage an Propionsäure: | 2,00 g (27,0 mmol) |
| theoretische Ausbeute an Propionsäure: | 2,00 g |
| experimentelle Ausbeute (Einfachextraktion): | 1,30 g (17,5 mmol; 65,0% der Theorie) |
| experimentelle Ausbeute (Mehrfachextraktion): | 1,90 g (25,6 mmol; 95,0% der Theorie) |

Fragen

1. Welche Schlussfolgerungen lassen sich für die effektivste Extraktionsmethode ziehen?

Es ist besser, öfter mit wenig Lösemittel zu extrahieren, als einmal mit viel.

2. Was bedeutet „Verteilungskoeffizient“?

Der Verteilungskoeffizient K ergibt sich gemäß dem Verteilungssatz von Nernst als Verhältnis zwischen den Konzentrationen eines Stoffes in zwei verschiedenen Phasen A und B, hier zwischen organischer und wässriger Phase. Der Verteilungskoeffizient ist Stoff-, Lösemittel- und Temperatur-abhängig; für verdünnte Lösungen gilt:

$$K = \frac{c_A}{c_B} .$$

3. Was sind sinnvolle Eigenschaften für ein gutes Extraktionsmitteln?

Der zu extrahierende Stoff sollte sich möglichst gut im Extraktionsmittel lösen, dieses sollte jedoch nicht im ursprünglichen Lösemittel des Stoffes löslich sein. Zudem erweist es sich als hilfreich, wenn das Extraktionsmittel leicht, z.B. mit dem Rotationsverdampfer, vom zu extrahierenden Stoff zu entfernen ist.

4. Wieso lässt sich Essigsäure vollständig mit Natronlauge aus *tert*-Butylmethylether extrahieren?

Durch die Natronlauge wird die Carboxy-Gruppe der Essigsäure deprotoniert, so dass der ionische Charakter des Carboxylat-Anions den unpolaren Charakter des organischen Restes überwiegt. Das entstandene Acetat löst sich folglich in Natronlauge besser als in *tert*-Butylmethylether.

5. Wird sich die organische Phase über oder unter der Phasengrenze befinden, wenn man folgende Lösemittel als Extraktionsmittel für organische Substanzen aus wässrigen Lösungen benutzt:

| | |
|------------------|-----------|
| Chloroform | unterhalb |
| Toluol | oberhalb |
| <i>n</i> -Heptan | oberhalb |
| Methylenchlorid | unterhalb |
| Diethylether | oberhalb |

6. Wie lässt sich prüfen, ob es sich um die organische oder um die wässrige Phase handelt?

Durch Zugabe von etwas Wasser kann man sehen, welche Phase sich vergrößert und somit die organische Phase und die wässrige Phase identifizieren; man kann auch wenig der oberen Phase entnehmen und in etwas Wasser geben.

7. Welche organischen Verbindungen lassen sich nicht als Extraktionsmittel aus wässrigen Lösungen verwenden?

Alle organischen Lösemittel welche auch mit Wasser mischbar sind eignen sich nicht, z.B. Methanol, Ethanol, Aceton, Essigsäure, etc. ...