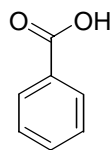
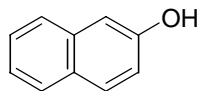


Trennen eines Gemischs von drei unterschiedlich sauren Verbindungen

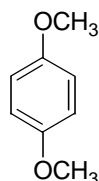
Macroscale



Benzoessäure



2-Naphthol



1,4-Dimethoxybenzol

Ausschütteln
Rotverdampfer
Umkristallis.

Chemikalien:

Benzoessäure

2-Naphthol

1,4-Dimethoxybenzol

Methyl-*tert*-butyl-ether (MTBE)

Natriumhydrogencarbonatlösung

Natronlauge 1.5 M

Kochsalz

Natriumsulfat wasserfrei

Salzsäure konz.

Ethanol

Durchführung:

In einem Erlenmeyerkolben löst man etwa 3 g des Gemischs (genau wiegen!) in 30 ml Methyl-*tert*-butyl-ether (MTBE) und überführt die Lösung in einen Scheidetrichter, wobei man den Erlenmeyerkolben mit wenig MTBE nachspült. Man gibt 10 ml Wasser und dann 10 ml einer gesättigten wässrigen Natriumhydrogencarbonatlösung zu. Der Scheidetrichter wird verschlossen und zunächst ganz vorsichtig geschüttelt, wobei man rasch das gebildete Kohlendioxid durch den hochgehaltenen Hahn abläßt. Dann schüttelt man kräftiger und läßt immer wieder den Überdruck entweichen. Man läßt die beiden Flüssigkeitsschichten sich absetzen und dann die untere Schicht in Erlenmeyerkolben 1 fließen. Was enthält dieser Kolben?

Dann gibt man 10 ml einer 1.5 M wässrigen Natronlauge in den Scheidetrichter, schüttelt gründlich (mehrmaliges Entlüften nicht vergessen!), läßt wieder absetzen und die untere Schicht in den Erlenmeyerkolben 2 fließen. Was enthält dieser Kolben?

In den Scheidetrichter fügt man nun 15 ml einer gesättigten Kochsalzlösung hinzu (wozu macht man das?), schüttelt gründlich und läßt dann die untere Schicht ab, die man verwerfen kann. Die etherische Phase gießt man vorsichtig aus der oberen Öffnung des Scheidetrichters in einen Spitzkolben (Kolben3), wobei man darauf achtet, dass keine Wassertropfen mit ausgegossen werden. Zu dieser etherischen Lösung wird so lange Natriumsulfat in kleinen Portionen und unter Schütteln hinzugegeben, bis dieses nicht mehr zusammenklumpt, dann verschließt man diesen Kolben.

Der Inhalt von Erlenmeyerkolben 2 wird durch tropfenweise Zugabe von konz. Salzsäure sauer eingestellt, was man mit Indikatorpapier kontrolliert. Dann wird dieser Kolben in einem Eisbad abgekühlt.

Ebenso wird Erlenmeyerkolben 1 vorsichtig angesäuert (vor allem am Anfang ganz langsam!) und ebenfalls in Eis gekühlt.

Die etherische Lösung aus Kolben 3 wird in einen anderen tarierten Spitzkolben abdekantiert, das Trockenmittel mit einigen ml MTBE gespült und diese Lösung ebenfalls in den Spitzkolben gegossen. Sollte das Abdekantieren vom Trockenmittel nicht funktionieren, so kann man dieses auch abfiltrieren und mit MTBE nachspülen. Der Spitzkolben wird über ein Übergangsstück NS14 / NS29 mit dem Rotationsverdampfer verbunden und der Ether dort bei Normaldruck vollständig abdestilliert. Wenn kein MTBE mehr übergeht, wird der Vorlagekolben ausgeleert (warum ist das nötig?) und dann kurz Vakuum an den Spitzkolben angelegt. Das Gewicht des rohen p-1,4 Dimethoxybenzols wird bestimmt

und dieses dann aus Methanol umkristallisiert (siehe beiliegende Anleitung).

Das 2-Naphthol aus Kolben 2 wird abgesaugt und auf dem Filter mit wenig Eiswasser gewaschen. Das Gewichts des Rohprodukts wird bestimmt, anschließend wird es aus Wasser umkristallisiert. Entsprechend wird die Benzoesäure aus Kolben 1 abgesaugt, gewogen, und aus Wasser umkristallisiert.

Die aus Wasser umkristallisierten Produkte werden im Saugfinger getrocknet, der mit einem Gummistopfen verschlossen, evakuiert und in ein ca. 40 °C warmes Wasserbad eingetaucht wird. Danach werden die Schmelzpunkte und das Gewicht der 3 Komponenten bestimmt und die "Wiederfindungsrate" berechnet unter der Annahme, dass die Komponenten im gleichen Mengenverhältnis im Gemisch vertreten waren.