

Umkristallisieren von Feststoffen:

Zu dem umzukristallisierenden Feststoff gibt man ca. die doppelte Menge des geeigneten Lösungsmittel zu und erwärmt das Gemisch im Wasserbad im Abzug unter Schütteln oder Rühren zum Sieden; bei leicht entzündlichen Lösungsmitteln muss immer ein Rückflußkühler auf den Kolben aufgesetzt werden! Hat sich nicht alles gelöst, so gibt man langsam und portionsweise unter ständigem Rühren oder Schütteln mehr Lösungsmittel zu (durch den Rückflusskühler) und erwärmt immer wieder zum Sieden, bis alles gelöst ist oder nur noch unlösliche Verunreinigungen vorhanden sind. Man achtet darauf, dass keine Siedeverzüge auftreten, die Lösung sich also nicht überhitzen kann; evtl. muss man Siedesteine zugeben. Falls unlösliche Verunreinigungen vorhanden sind, muss die heiße Lösung filtriert werden. Um dabei vorzeitiges Auskristallisieren im Filter zu vermeiden, sollte die heiß gesättigte Lösung mit zusätzlich 10 % Lösungsmittel verdünnt werden und vor dem Filtrieren wieder kurz zum Sieden erhitzt werden. Hilfreich ist auch, den Erlenmeyerkolben unter dem Filter mit einem Wasserbad bis kurz unter den Siedepunkt des Lösungsmittels zu erwärmen; bei leicht entzündlichen Lösungsmitteln muss dabei unbedingt darauf geachtet werden, dass sich keine Lösungsmitteldämpfe entzünden können (nur im Abzug durchführen!).

Die heiße klare Lösung läßt man nun langsam und ohne Bewegung des Kolbens erkalten, um größere Kristalle zu erhalten. Man sollte grundsätzlich 1-2 Kristalle des Rohprodukts aufbewahren, um sie als Impfkristalle zu verwenden; hat man keine Impfkristalle, so reibt man mit einem Glasstab die Gefäßwand an der Oberkante der Flüssigkeit. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wird der Kolben in ein Eisbad gestellt, um die Kristallisation zu vervollständigen. Dann werden die Kristalle auf dem Büchnertrichter mit Saugflasche oder, bei einer geringen Menge, im Hirschtrichter mit Saugfinger abgesaugt und mit wenig eisgekühltem Lösungsmittel nachgewaschen. An den Kristallen verbleibendes Lösungsmittel wird durch Durchsaugen von Luft entfernt, wenn die Kristalle nicht naß oder hygroskopisch sind. Sonst muss die Feuchtigkeit anschließend im Vakuumexsikkator mit Trockenmittel entfernt werden.

Es ist häufig möglich, weitere Kristalle durch Einengen der Mutterlauge bis zur Sättigung und erneutes Auskristallisieren zu erhalten. Man kontrolliere mit dem Aussehen und dem Schmelzpunkt, ob diese Kristalle genauso rein sind wie die erste Fraktion.