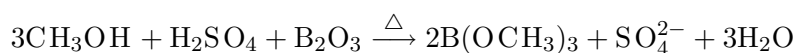


## 10 Praktikumstag

### Präparative Darstellungen bzw. Destillationen

**a) Borsäuretrimethylester** In ein Gemisch aus 64 g  $\text{CH}_3\text{OH}$  und 73 g konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (Vorsicht beim Zusammengießen !) wird nach und nach unter langsamen Schütteln portionsweise 17,4 g  $\text{B}_2\text{O}_3$  zugegeben. Der Reaktionskolben wird mit einem Rückflusskühler versehen und auf dem Wasserbad erhitzt, bis das Reaktionsgemisch siedet. Es wird eine Stunde unter Rückflusskühlung am Sieden gehalten. Anschließend destilliert man den Ester ab, bis die Siedetemperatur auf 58 - 60 C gestiegen ist. Der Ester verbrennt beim Anzünden mit grüner Flamme.

Mit Hilfe des Rückflusskühlers erstellen wir Borsäuretrimethylester.



Da der Borsäuretrimethylester eine niedrigere Siedetemperatur als das Wasser hat, können wir ihn destillieren. Der gewonnen Ester wird zum Sieden gebracht und der aufsteigende Dampf verbrennt mit grüner Flamme. Am Ende bleibt ein farbloser kristalliner Feststoff im RG.

**b) Azeotrope Destillation von Salzsäure** Eine Destillationsapparatur, bestehend aus Rundkolben, Destillationsbrücke, Schliffthermometer und Auffangkolben wird zur Hälfte mit etwa 10 %-iger  $\text{HCl}$ -Lösung gefüllt und einige Siedesteine zugegeben. Durch vorsichtiges Erhitzen mit dem Brenner wird die Flüssigkeit zum Sieden gebracht und in die Vorlage destilliert. Bis zur Temperaturkonstanz wird die zeitliche Änderung der Siedetemperatur in ein Diagramm eingetragen und so die Bildung des Azeotrops verfolgt. Bleibt die Siedetemperatur über längere Zeit (ca. 15 Min.) konstant, kann die Destillation abgebrochen werden.

Versuche, die Flüssigkeit in einem Wasserbad zu erhitzen schlugen fehl. Wir erreichen lediglich Temperaturen um die  $30^\circ\text{C}$ .

Wir erhitzen den Kolben über dem feuerfestem Netz um höhere Temperaturen zu erreichen. Leider stieg die Temperatur innerhalb von 20 Sekunden schlagartig an (von  $28^\circ\text{C}$  auf  $100^\circ\text{C}$ ), weshalb die Aufzeichnung des Temperaturverlaufes keinen Sinn machte. Wir konnten auf diese Weise keine Temperaturen über  $100^\circ\text{C}$  erreichen, die Temperatur für die Bildung des Azeotrops liegt allerdings bei  $110^\circ\text{C}$ . Von dem Vorhaben den Kolben ohne Netz direkt zu beheizen rieten uns die Assistenten ab, da der Kolben schmelzen bzw. platzen könnte.

Als Resultat erhalten wir destilliertes Wasser und konzentrierte Salzsäure.

**b) Destillative Wasserentfernung aus einer Kupfersulfat-Lösung** Eine Destillationsapparatur, bestehend aus Rundkolben, Destillationsbrücke, Schliffthermometer und Auffangkolben wird zur Hälfte mit  $\text{CuSO}_4$ -Lösung gefüllt. Nach Zugabe von Siedesteinen

wird mit dem Brenner bis zum Sieden erhitzt und das Wasser langsam in die Vorlage destilliert. Sobald sich im Destillationskolben die ersten Kristalle bilden, wird der Brenner entfernt, das Destillat auf die Anwesenheit von  $\text{Cu}_2^+$ -Ionen geprüft und die Kristallisation des  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  durch Kühlen im Wasserbad beschleunigt. Nach Filtration der entstandenen Kristalle werden diese an der Luft getrocknet.

Wir destillierten die Kupersulfat-Lösung ca. 1 Stunde lang und es bildeten sich keine erkennbaren Kristalle. Am Ende war nahezu keine Flüssigkeit mehr in dem Kolben. Wir filterten diese ab und konnten lediglich eine türkise Färbung des Filters erkennen, jedoch keine Kristalle. Der Test auf Anwesenheit von  $\text{Cu}^{2+}$ -Ionen gelang leider nicht, bzw. es waren keine im Destilat vorhanden.

**d) Acetaldehyd** In ein 250 ml Becherglas werden 60 g Wasser gefüllt und vorsichtig mit 20 g konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  versetzt. (Achtung : wird sehr heiß und kann spritzen !) Nach Abkühlen wird die Lösung mit 15 g  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  verrührt. Zu dieser Mischung gibt man langsam und unter Wasserkühlung 15 g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (Vorsicht : Starkes Schäumen !). Nach erneutem Abkühlen füllt man die Mischung in einen 200 ml Rundkolben um und destilliert über. Falls die Oxidation nicht von selbst einsetzt, erhitzt man den Kolben mit kleiner Flamme. Eine kleine Menge des aus Wasser, Alkohol, Acetaldehyd und Acetal bestehenden Destillates verdünnt man in einem neuen Reagenzglas mit Wasser (Lösung 1).

Lösung 2 stellt man wie folgt her:

Eine  $\text{AgNO}_3$ -Lösung, die mit einem geringen Überschuss an  $\text{NaOH}$ -Lösung versetzt wurde, wird tropfenweise mit soviel  $\text{NH}_3$  versetzt, dass sich der Niederschlag gerade wieder löst. Nun gibt man Lösung 2 zu Lösung 1 in das Reagenzglas und schüttelt um. Das Reagenzglas wird nun in siedendes Wasser getaucht. War das Glas völlig sauber und fettfrei, schlägt sich ein Spiegel von reduziertem Silber an den Wänden nieder.

Durch das Mischen entsteht eine dunkelgrüne trübe Flüssigkeit. Durch das Destillieren entsteht eine farblose Flüssigkeit (Lösung 1). Durch Mischen von Lösung 1 und Lösung 2 entsteht im siedenden Wasser ein Spiegel von Silber an den Wänden. Der letzte Versuch im Praktikum hat sehr schön funktioniert :-)