

Trennung eines Mehrstoffgemisches durch Extraktion

Arbeitstechniken und Methoden:

Extraktion und Dünnschichtchromatographie (DC)

Geräte:

Standgeräte

Chemikalien:

- Mehrstoffgemisch, Vergleichssubstanzen (20 Stück)
- Diethylether (ca. 200 mL)
- Natriumhydrogencarbonat
- Natronlauge (selbst frisch herstellen)
- Salzsäure
- Magnesiumsulfat zum Trocknen

Warnhinweise:

Beachten Sie die Vorsichtsmaßnahmen beim Umgang mit Diethylether, über die Sie vor kurzem in der Sicherheitsbelehrung ausführlich unterrichtet wurden! Entnehmen Sie die Gefährdungsdaten der Ihnen ausgehändigten Skripte „Allgemeine Gefahrenstoffliste“. Halten Sie insbesondere alle Zündquellen strikt fern. Diethylether kann bereits durch schwache elektrostatische Aufladung (z.B. beim Tragen von Kunstfaserkleidung) zur Entzündung gebracht werden.

Das Substanzgemisch ist hautreizend. Die Ätzwirkung von Salzsäure sollte Ihnen bereits bekannt sein.

Schliffverbindungen sind nur dann völlig dicht, wenn sich dort keine Feststoffe befinden. Vor allem, wenn Sie einen Feststoff durch eine bereits gefettete Schlifföffnung füllen, bleibt dieser unweigerlich an den Schliffflächen kleben! Verwenden Sie einen Trichter! Kontrollieren Sie die Schliffflächen nach dem Einfüllen!

Schaffen Sie sofort Abhilfe, wenn beim Ausschütteln mit dem Schütteltrichter Substanz austritt!

Hinweis:

Bei jedem Versuch sind wiederholt flüssige Phasengemische voneinander zu trennen, von denen jede für sich in der angegebenen Weise weiterverarbeitet wird. In der Regel ist bei allen derartigen Operationen *eine Phase wässrig*, während die andere aus einem **organischen Lösungsmittel** – hier ist es

Diethylether – besteht. **Verarbeiten Sie die getrennten Phasen stets erst dann weiter, wenn Sie deren Identität mit absoluter Sicherheit festgestellt haben.**

Erläutern Sie Ihrem Assistenten eine Strategie, mit der Sie eine wässrige *zuverlässig* von einer organischen Phase unterscheiden können! Verlassen Sie sich niemals auf Vorhersagen aufgrund der spezifischen Dichten der beiden Lösungsmittelkomponenten! Gelöste Stoffe können nämlich die Dichte erheblich beeinflussen. Prüfen Sie bei wiederholtem Ausschütteln die erhaltenen Phasen jedes Mal erneut! Es ist nicht selten, dass sich bei wiederholten Waschvorgängen die Phasen umdrehen können (*Warum?*).

Ausführung:

Lösen Sie das Stoffgemisch in 50 mL Diethylether. Fertigen Sie aus der etherischen Lösung eine DC an, um die Stoffkomponentenzahl Ihres Substanzgemisches zu bestimmen. Nutzen Sie bei der Auswertung Ihrer Chromatogramme zum einen die UV-Lampe sowie die spezifischen Färbereagenzien. Die etherische Lösung wird anschließend der Reihe nach mit den unten stehenden Lösungen extrahiert. Bei der Extraktion ist darauf zu achten, dass die Phasen durch kräftiges Schütteln gut durchmischt werden.

- Dreimal mit je 25 mL einer Lösung von 8.5 g Natriumhydrogencarbonat in Wasser (75 mL). Die erhaltenen Extrakte werden vereinigt.
- Dreimal mit je 25 mL einer 5%igen Natronlauge (frisch ansetzen!). Die erhaltenen Extrakte werden ebenfalls vereinigt.
- Dreimal mit je 25 mL einer 1 M Salzsäure. Die erhaltenen Extrakte werden ebenfalls vereinigt.

Sind bei den Extraktionsvorgängen die Verdampfungsverluste des Diethylether zu groß, so ergänzen Sie mit weiterem Lösungsmittel. Die beiden erhaltenen wässrigen, sowie die etherische Phase werden wie folgt aufgearbeitet:

Die Natriumhydrogencarbonat-Lösung wird in einem 250 mL Gefäß (am besten ein Becherglas) sehr vorsichtig (*Warum?*) mit 25%iger Salzsäure angesäuert. (*Was beobachten Sie?*) Die erhaltene Mischung wird zweimal mit Diethylether (30 mL) extrahiert. Die wässrige Phase wird verworfen (Lösemittelabfall) und die organische Phase noch zweimal mit Wasser gewaschen. Trennen Sie nach dem letzten Waschen die wässrige Phase besonders sorgfältig ab (*Warum?*), lassen Sie die organische Phase in einen Erlenmeyerkolben ab und versetzen Sie zum Trocknen mit etwas Magnesiumsulfat! (*Woran erkennen Sie, dass die*

zugegebene Menge an Trockenmittel ausreichend ist? Warum ist es nicht sinnvoll „zur Sicherheit“ einfach mit einem großen Überschuss an Trockenmittel zu versetzen? Warum muss die etherische Lösung überhaupt noch getrocknet werden?).

Der Natronlaugenextrakt wird in gleicher Weise angesäuert und aufgearbeitet. Der Salzsäureextrakt wird mit 10%iger NaOH-Lösung neutralisiert und anschließend zweimal mit Diethylether extrahiert. Die etherischen Phasen werden ebenfalls über Magnesiumsulfat getrocknet. Die bei der Trennung des Stoffgemisches zurückbleibende etherische Phase wird dagegen lediglich mit Wasser zweimal gewaschen und nach sorgfältiger Abtrennung des letzten Waschwassers mit Magnesiumsulfat versetzt.

Von jeder der vier erhaltenen etherischen Lösungen wird das Trockenmittel durch ein Faltenfilter in einen tarierten Kolben abfiltriert (*Warum nicht abgesaugt?*) und mit etwas Diethylether nachgewaschen. Das zurückbleibende Magnesiumsulfat wird bis zur Trockene im Abzug abgelüftet, löst es dann mit etwas Wasser auf und gibt die erhaltene Lösung ins Ausgussbecken. Der Filter wird in der Feststofftonne entsorgt.

Das jeweils erhaltene klare Filtrat wird am Rotationsverdampfer bis zur Trockene abgedampft und die erhaltene Rohausbeute bestimmt.

Ausbeute (roh; Hydrogencarbonatextrakt): g
Ausbeute (roh; Natronlaugenextrakt): g
Ausbeute (roh; Salzsäureextrakt): g
Ausbeute (roh; etherischer Rückstand): g

Sofern Sie ein kristallines Produkt erhalten, kristallisieren Sie dieses zur Reinigung um. Verwenden Sie für den Hydrogencarbonatextrakt Ethanol, für den Natronlaugenextrakt und das aus dem etherischen Rückstand erhaltene Produkt Wasser (evtl. Ethanol/Wasser)!

Ausbeute (rein; Hydrogencarbonatextrakt): g Fp: °C
Ausbeute (rein; Natronlaugenextrakt): g Fp: °C
Ausbeute (rein; etherischer Rückstand): g Fp: °C

Bestimmen Sie die Schmelzpunkte bzw. Brechungsindices ihrer erhaltenen Produkte. Messen Sie außerdem ein IR-Spektrum der erhaltenen Fraktionen.

Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie eine Erklärung für die Auftrennung der Substanzen! Welche Eigenschaften erwarten Sie von den zu isolierenden Stoffen? Erläutern Sie das Löslichkeitsverhalten dieser Stoffe bei den Aufarbeitungsschritten! Geben Sie Beispiele für funktionelle Gruppen, die die erforderlichen Eigenschaften besitzen! Hierbei ist es hilfreich, von den erwarteten Substanzen die pK_A -Werte herauszusuchen und anhand derer die Auftrennung der einzelnen Verbindungen zu diskutieren. **Fertige Sie hierfür ein zur Durchführung entsprechendes Flussdiagramm mit den zu erwartenden Substanzen an!**

Warum brauchen Sie keine Ansatztafel anzufertigen?

Aufgaben nach Ausführung des Versuchs:

2. Fassen Sie die Ergebnisse Ihrer Trennung übersichtlich in ein kommentiertes und ausformuliertes Flussdiagramm zusammen.
3. Fertigen Sie von allen isolierten Komponenten Dünnschichtchromatogramme an und diskutieren Sie anhand der Chromatogramme, ob die Trennung gelungen ist oder nicht. Färben Sie die Substanzflecken durch geeignete Färbereagenzien an. Mit welchen Färbungen ist bei welcher Substanz zu rechnen?
4. Bei den von Ihnen isolierten Komponenten kann es sich um folgende Substanzen handeln:

Benzoessäure	Guajacol	3-Acetamidophenol	Citronellol	Zimtaldehyd
<i>p</i> -Nitrophenol	Eugenol	Phenol	Hydrochinondimethylether	Geraniol
Vanillin	Acetanilid	Chinolin	Naphthalin	Menthol
Zimtsäure	2-Naphthol	Chinaldin	Phenanthren	Limonen

Geben Sie Strukturformel und Schmelzpunkt/Brechungsindex der genannten Verbindungen an! Ordnen Sie die von Ihnen isolierten Verbindungen durch Schmelzpunktbestimmung/Bestimmung des Brechungsindex, Handversuche und/oder Spektren diesen Substanzen zu! Kommentieren Sie, ob Ihre Erwartungen gemäß Frage 1 zutreffen!

5. Wo sind Ihnen aus dem täglichen Leben Extraktionsvorgänge bekannt? Nennen Sie Beispiele und erläutern diese!
6. Was ist wirksamer: Einmal mit einer großen Menge Lösungsmittel zu extrahieren, oder diese Lösungsmittelmenge zu portionieren, also mehrmals mit einer kleineren Menge zu extrahieren? Geben Sie eine Begründung! Diese kann entweder plausibel (!) verbal sein oder noch besser aber den Sachverhalt durch mathematische Berechnung beweisen. Berechnen Sie allgemein oder an einem selbstgewählten Beispiel! (*Welches Gesetz spielt dabei eine Rolle?*)