

4. Methoden zur Reinigung der organischen Verbindungen

**Elementaranalyse.
Empirische und Summenformel.**



Allgemeines

Ablauf eines Experiments in der Organischen Chemie:

- Literaturrecherche zur geplanten Reaktion (Beilstein, Scifinder – Chem. Abstr.)
- Erstellen einer Betriebsanweisung (R/S-Sätze, Hinweise zum sicheren Arbeiten, Verhalten im Gefahrenfall, Hinweise zur Entsorgung)
- Probenvorbereitung (Lösungsmitteltrocknung, Reinigung der Ausgangsstoffe)
- Durchführung der Reaktion
- Aufreinigung des Rohprodukts (Isolierung des Reinprodukts)
- Identifizierung und Charakterisierung des Reinprodukts



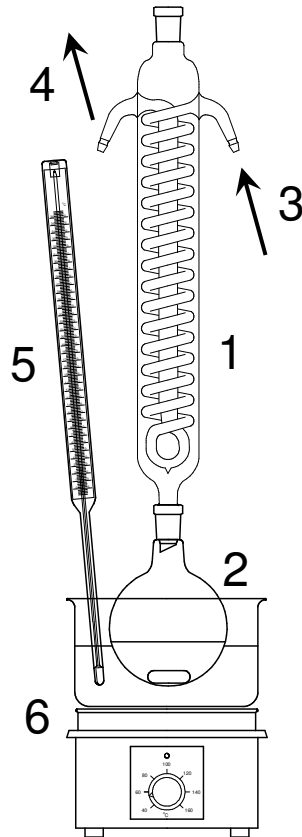
Reinigungstechniken

Umkristallisation

Voraussetzungen:

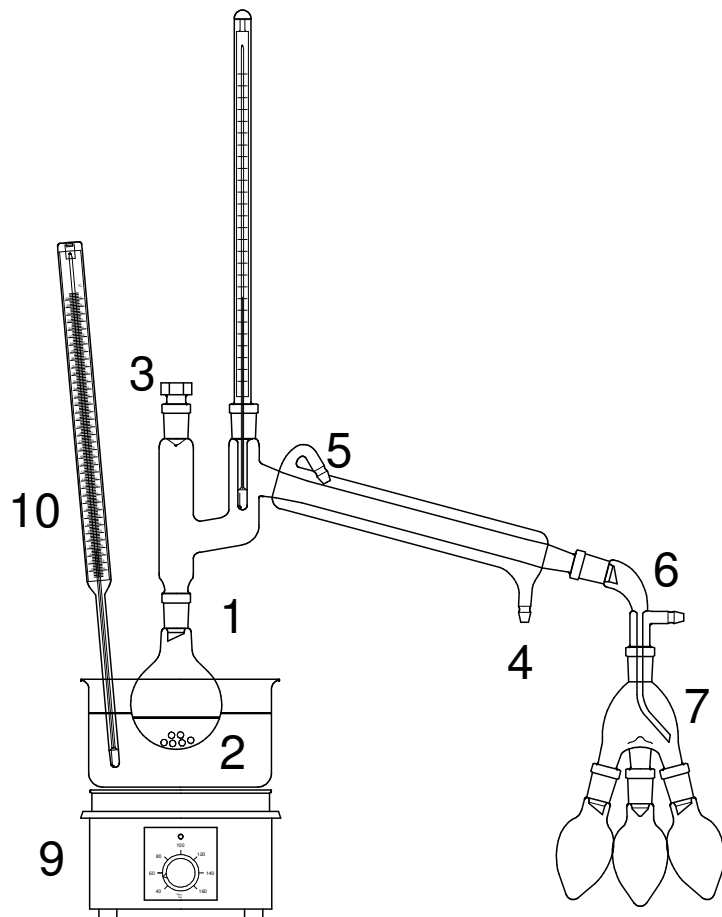
- Substanz ist kristallin
- Löslichkeit der Verbindung in einem zu wählenden Lösungsmittel besitzt einen hohen Temperaturgradienten (schlecht löslich bei Raumtemperatur, gut löslich bei der Siedetemperatur)

Umkristallisation - Apparatur



- 1 Dimrothkühler
- 2 Rundkolben mit Rührfisch
- 3 Kühlwasserzulauf
- 4 Kühlwasserablauf
- 5 (Kontakt-)thermometer
- 6 Magnetrührer mit Ölbad

Reinigungstechniken - Destillation



- 1 Destillationskolben
- 2 Siedesteinchen
- 3 Destillationsbrücke (Claisenaufsatz mit absteigendem Liebigkühler)
- 4 Kühlwasserzulauf
- 5 Kühlwasserablauf
- 6 Vakuumvorstoß
- 7 Spinne mit Vorlagekolben
- 8 Stopfen und Schliffthermometer
- 9 Magnetrührer mit Ölbad
- 10 (Kontakt-)thermometer
- 11 (Schliff-)thermometer

Reinigungstechniken - Extraktion

Physikalische Grundlage: Die unterschiedliche Löslichkeit von Flüssigkeiten und Feststoffen in verschiedenen Lösungsmitteln führt zu einem Verteilungsgleichgewicht zwischen den Phasen.

Nernst'scher Verteilungssatz:

$$\frac{[A]_{\text{Solv.2}}}{[A]_{\text{Solv.1}}} = \frac{c_2}{c_1} = k$$

c - Gleichgewichtskonzentration der Substanz A in den Solventien 1 bzw. 2 [mol/L]

k - Verteilungskoeffizient (temperaturabhängig!)

Anwendungen:

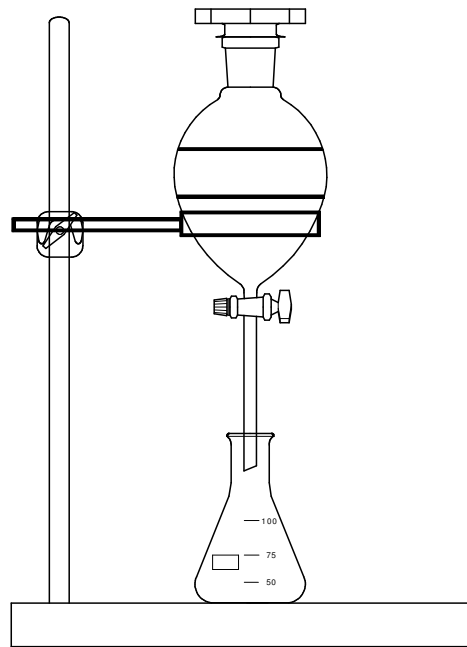
- Verteilen einer gelösten Substanz zwischen zwei nicht mischbaren Lösungsmitteln durch Ausschütteln oder kontinuierliche Extraktion (Perforation)
- Extraktion fester Stoffe mit kalten oder heißen Lösungsmitteln (PS III)

Flüssig-Flüssig-Extraktion:

Lösungsmittel 1: organisches Lösungsmittel (Et₂O, EtOAc, Pentan, CH₂Cl₂, CHCl₃); Lösungsmittel 2: Wasserphase

Flüssig-Flüssig-Extraktion

Extraktion des gewünschten Produkts
aus der Wasserphase
Extraktion von Nebenprodukten in die
Wasserphase



Scheidetrichter
mit Stopfen

Austausch und
Gleichgewichtseinstellung erfolgt über
die Phasengrenze

große Phasengrenze beschleunigt die
Gleichgewichtseinstellung

„Ausschütteln“



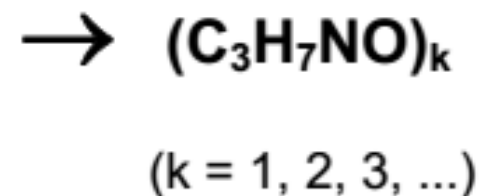
Elementaranalyse – Empirische und Summenformel

- Die **Elementaranalyse** ist die Bestimmung des Gehaltes an einzelnen Elementen durch Verbrennung der Analysensubstanz. Dabei wird der prozentuale Anteil eines Elementes am Gesamtgewicht der Substanz bestimmt.
- **Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Stickstoffgehalt** werden durch Verbrennung der Substanz zu **CO₂**, **Wasser** und einem Gemisch aus **N₂** und NO_x (letzteres an **Cu** zu **N₂** reduziert) umgesetzt. Dann werden die drei Gase durch **Gas-Chromatographie** quantitativ bestimmt.
- **Sauerstoffgehalt**: Kann nicht bestimmt werden; als Differenz zwischen der Summe der Gehalte der anderen Atome (C, H, N) und 100%.
- **Beilstein-Probe** zur qualitativen Bestimmung von Halogen: Substanz wird an einem Kupferdraht in der Bunsenflamme verbrannt. → flüchtige Kupfer-Halogen-Verbindungen, die die Flamme grün färben.

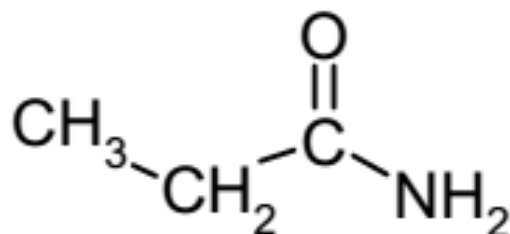
Beispiel

Eine Substanz, die nur C, H, N und O enthält, ergibt bei der Elementaranalyse folgende Werte:

	C	H	N	Rest
Gehalt	49.4 %	9.8 %	19.1 %	21.7 %
: Atomgewicht	: 12	: 1	: 14	: 16
	4.12	9.80	1.36	1.36
: 1.36	3.03	7.21	1.00	1.00



Lösung:





Beispiel

Bei der Untersuchung einer Verbindung der Elemente Kohlenstoff, Wasserstoff und Sauerstoff im Elementaranalysegerät ergaben sich folgende Massenanteile:

$$w(\text{Kohlenstoff}) = 39,9 \%,$$

$$w(\text{Wasserstoff}) = 6,7 \%$$

Welche Verhältnisformel besitzt diese Verbindung?

Die Massenanteile aller gebundenen Elemente müssen zusammen 100 % ergeben:

$$w(\text{O}) = 100 \% - [w(\text{C}) + w(\text{H})] = 53,4 \%$$