

Kapitel 3: Trenn- und Reinigungsmethoden



Verhaltenshinweise

- nur die Versuche im Abzug durchführen, bei denen das notwendig ist.
- Versuche bevorzugt am Platz durchführen
- Abstandsregelung kann bei Arbeit an benachbarten Abzügen nicht eingehalten werden, daher ist bei der Arbeit am Abzug unbedingt eine Maske zu tragen



Trennmethoden: fest/flüssig

dekantieren, filtrieren, abnutschen,
zentrifugieren :
Wahl der Methode je nach
Niederschlag und Ziel

Zustand des Niederschlags kann
beeinflusst werden (Vgl. V. 3.2)



Filtriergestell mit Glastrichter



Saugflasche mit Büchnertrichter

passendes Filterpapier wählen!

Fixieren Sie die Saugflasche
mit einer Stativklammer!

Kristallisation von $KAl(SO_4)_2$



Bild aus Wikipedia

Art und Größe der Kristalle wird
durch Versuchsbedingungen
festgelegt:

Keimbildungsgeschwindigkeit
Keimwachstumsgeschwindigkeit

Bild: Kristalle mit etwa 2cm

Keimbildungsgeschwindigkeit nahe
Null, langsames Wachstum der
vorhandenen Kristalle

Zentrifugieren, Bedienung der Zentrifuge



Drehzahl: 40%
Zeit: 4-6min

Entweder 2 oder 4 Gläser in gegenüberliegende Plätze stellen.

Gewicht der gegenüberliegenden Zentrifugengläser muss gleich sein!

Bedienung der Waage



Ionentauscher

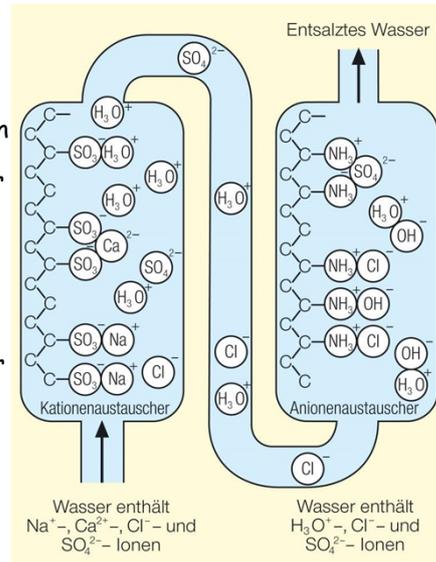
Kationentauscher

Beladung mit einer Ionensorte (meist H^+):
 H^+ wird abgegeben, andere werden festgehalten

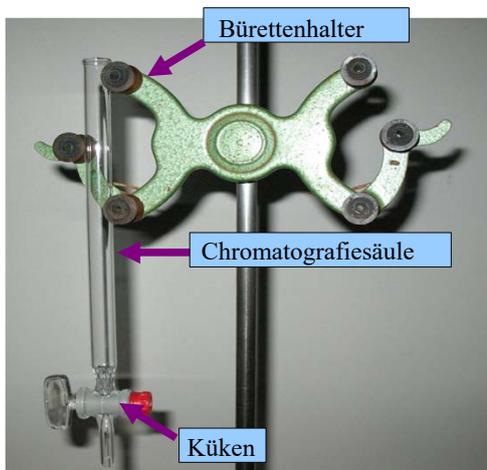
Kationentauscher: durch Säuren regenerierbar
 Anionentauscher: durch Basen regenerierbar
 Regeneration durch Verschiebung des Gleichgewichts

Einsatzgebiete:

Entfernen von Ionen aus Lösung
 Aufkonzentration von Ionen im Ionentauscher
 Spülmaschine (dann Na^+ -Beladung)



Ionenaustauscher (Durchführung)



- Bürettenhalter benutzen
- Küken (wenig) fetten, Füllhöhe Ionenaustauschergranulat etwa 5-7cm
- $CaCl_2$ -Lösung nicht zu konzentriert ansetzen

Ausschütteln (Nernstscher Verteilungssatz)



Extraktion von gelöstem Iod aus
Wasser durch CHCl_3

gelöstes Iod verteilt sich in beiden
Lösungsmitteln

$$\text{Nernst: } \frac{c(\text{I}_2)_{\text{Wasser}}}{c(\text{I}_2)_{\text{Chlorof.}}} = k$$

Iod-Stärke-Test zur Überprüfung
der wässrigen Phase

Scheidetrichter entlüften, Druck
steigt bei leicht flüchtigen
Lösungsmitteln

Papierchromatographie (Verteilungschromatographie)



Trenn- und Analysemethode

Substanzen verteilen sich zwischen
2 flüssigen Phasen

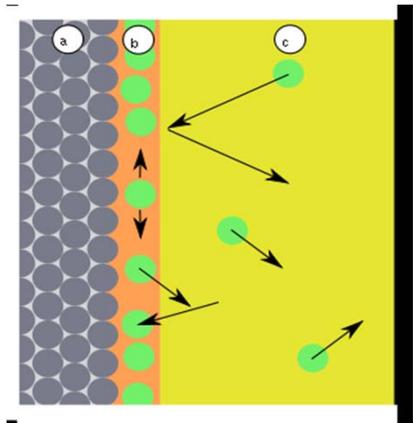
mobile Phase: 1-Butanol, mit 12%iger
Salzsäure ausgeschüttelt.
4 Teile Butanol auf 1 Teil Salzsäure

stationäre Phase: Wasserfilm auf
Papierfaser

Entwickeln mit Na_2S -Lsg: Sulfide,
schwarz und braun gefärbt

auftragen mit Kapillarröhrchen

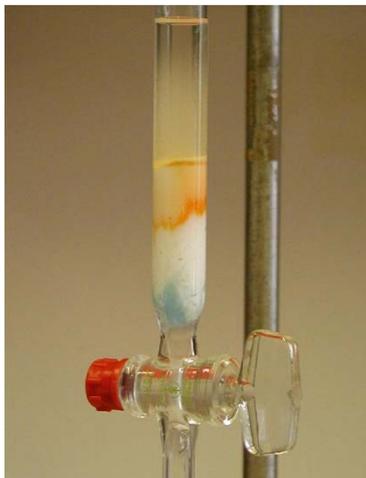
Adsorption an Aktivkohle



- keine chemische Reaktion
- Wechselwirkungen zwischen Oberfläche und Molekül
- "Aktiv"-Kohle: vergrößerte Oberfläche (Herstellung)
- Nomenklatur
 - a) Adsorbens
 - b) Adsorbat
 - c) freie Moleküle

Bild: Wikipedia

Säulenchromatographie (Adsorptionschromatographie)



stationäre Phase: Aluminiumoxid

mobile Phase: Ethanol

Adsorption am Aluminiumoxid,
je polarer, desto stärker

Polarität Lösungsmittel beeinflusst
Adsorption und damit
Wanderungsgeschwindigkeit

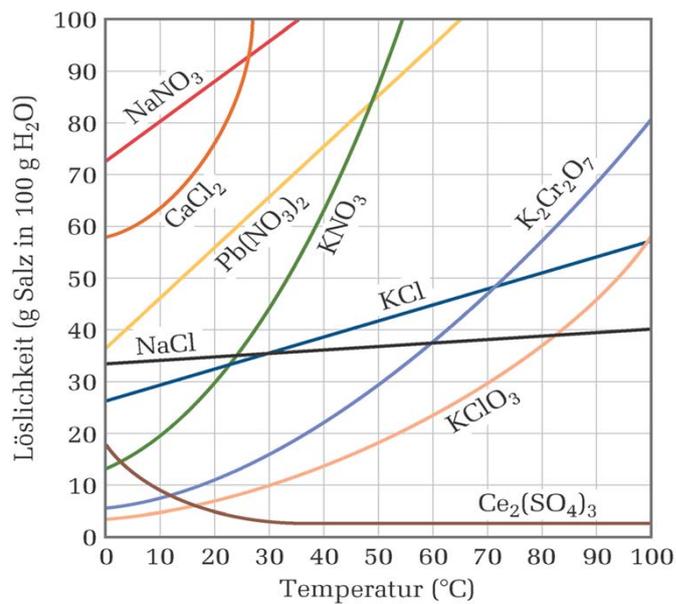
hydrostatischer Druck

Umkristallisieren

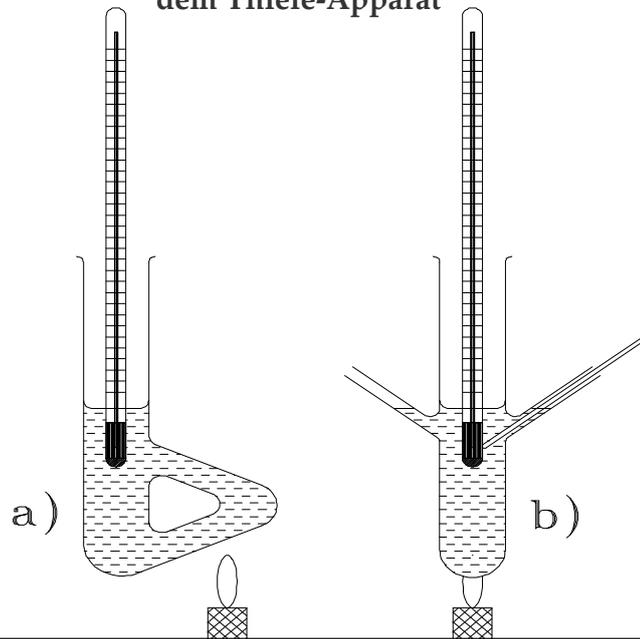


- Reinigungsmethode:
- Substanz in Lösungsmittel geben
- erwärmen: löst sich -> klare Lösung
- abkühlen: Niederschlag
- Reinsubstanz fällt aus, Verunreinigungen bleiben gelöst
- manchmal schwierig
- Menge des Lösungsmittels anpassen
- heiß abfiltrieren nur, wenn unbedingt nötig

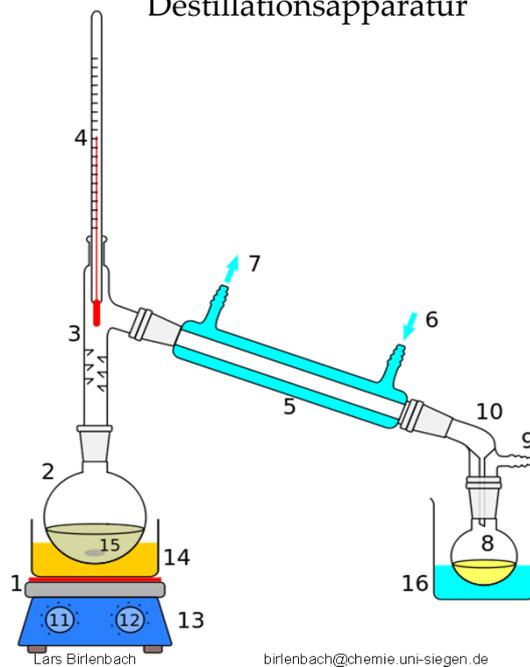
Temperaturabhängigkeit der Löslichkeit



Schmelzpunktbestimmung mit dem Thiele-Apparat



Destillationsapparatur



aus Wikipedia

Destillation

Ausnutzung unterschiedlicher Siedepunkte

leichter siedende Komponente reichert sich im Dampf an

Verbesserung der Trennung durch Vigreux-Kolonne

Glas ist zerbrechlich

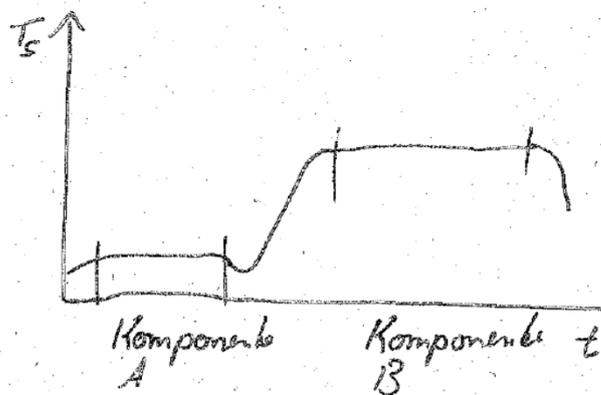
max. Ölbadtemperatur 200 °C

vor Inbetriebnahme vom Assistenten überprüfen lassen

Schliffe fetten
vor Rückgabe der Apparatur mit Heptan wieder entfetten



Temperaturverlauf bei einer Destillation



Destillation: Siedediagramm

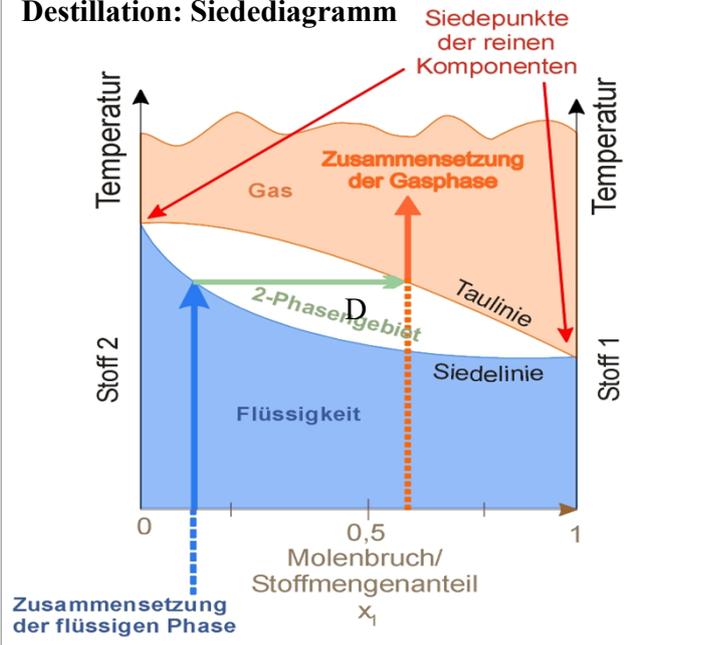
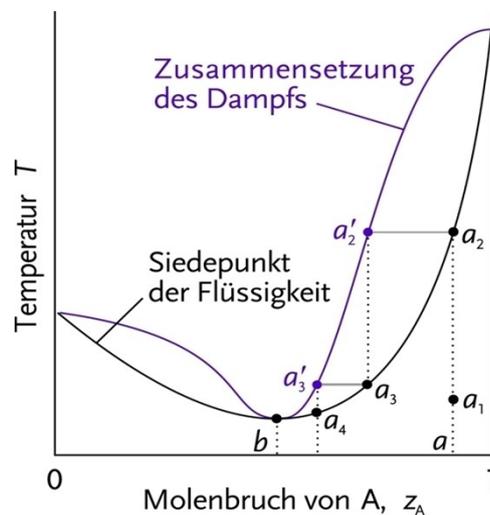


Bild aus Wikipedia

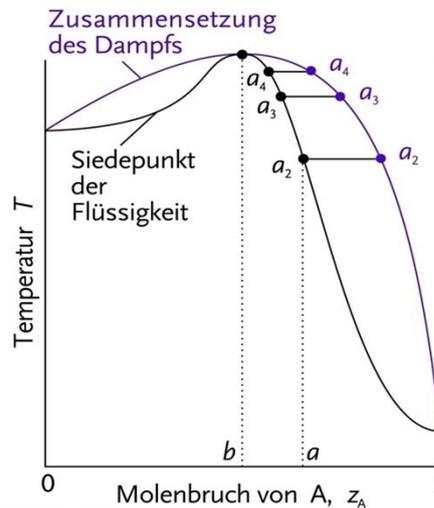
Azeotrop mit Siedepunktminimum



© 2006 Wiley-VCH, Weinheim
 Atkins / Physikalische Chemie
 ISBN: 3-527-31546-2 Abb-06-17

Azeotrope Mischung

- Destillation gelingt nicht bei allen Mischungen
- bei nicht-idealen Mischungen bildet sich oft ein Azeotrop
- Im Diagramm: Azeotrop mit Siedepunktmaximum
- nur teilweise Trennung möglich: bis zum Schnittpunkt von Tau- und Siedelinie



© 2006 Wiley-VCH, Weinheim
Atkins / Physikalische Chemie
ISBN: 3-527-31546-2 Abb-06-16

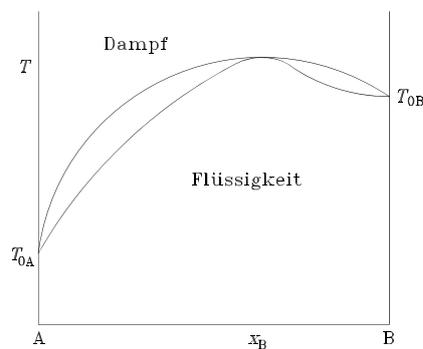
Azeotrope Mischung

Destillation gelingt nicht bei allen Mischungen

bei nicht-idealen Mischungen bildet sich oft ein Azeotrop

Im Diagramm: Azeotrop mit Siedepunktmaximum

nur teilweise Trennung möglich: bis zum Treffpunkt von Tau- und Siedelinie



Azeotrop mit Siedepunktminimum

