

Kapitel 3: Trenn- und Reinigungsmethoden

Trennmethoden: fest/flüssig

dekantieren, filtrieren, abnutsen,
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 $KAl(SO_4)_2$



Art und Größe der Kristalle wird durch Versuchsbedingungen festgelegt:

Keimbildungsgeschwindigkeit
Keimwachstumsgeschwindigkeit

Bild: Kristalle mit etwa 2cm

Keimbildungsgeschwindigkeit nahe Null, langsames Wachstum der vorhandenen Kristalle

Bild aus Wikipedia

Zentrifugieren, Bedienung der Zentrifuge



Drehzahl: 40%
Zeit: 4-6min

Gewicht der Zentrifugengläser muss gleich sein!
In gegenüberliegende Plätze stecken

Bedienung der Waage



Ionentauscher

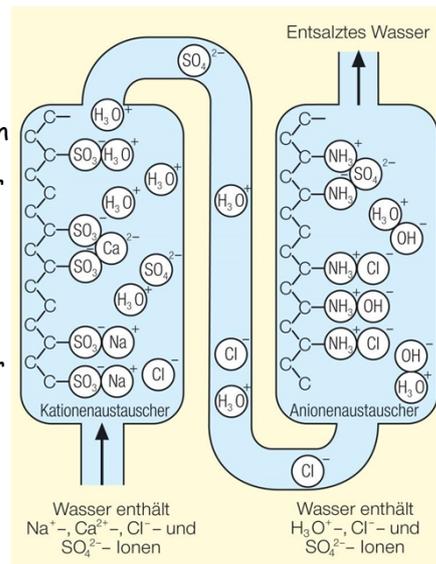
Kationentauscher

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

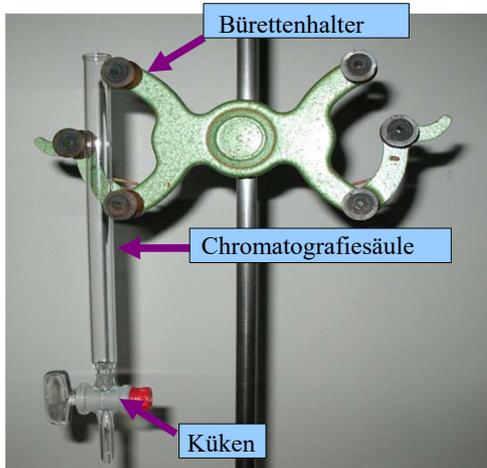
Kationentauscher: durch Säuren regenerierbar
Anionentauscher: durch Basen regenerierbar
Regeneration durch Verschiebung des Gleichgewichts

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 Analyseverfahren

Substanzen verteilen sich zwischen
2 flüssigen Phasen

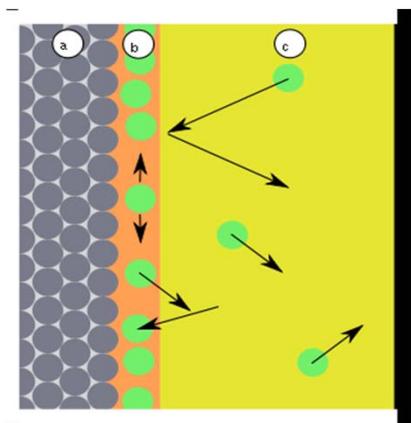
mobile Phase: 1-Butanol, mit 12%iger
Salzsäure ausgeschüttelt.
4 Teile Butanol auf 1 Teil Salzsäure

stationäre Phase: Wasserfilm auf
Papierfaser

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

auftragen mit Kapillarröhrchen

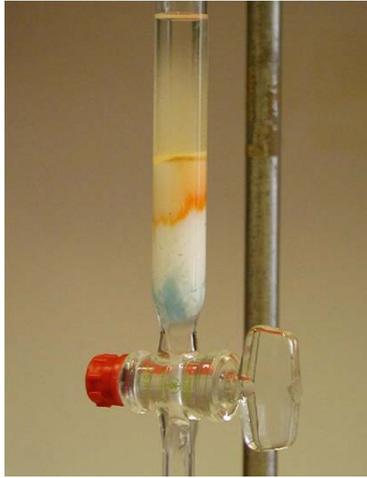
Adsorption an Aktivkohle



- 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

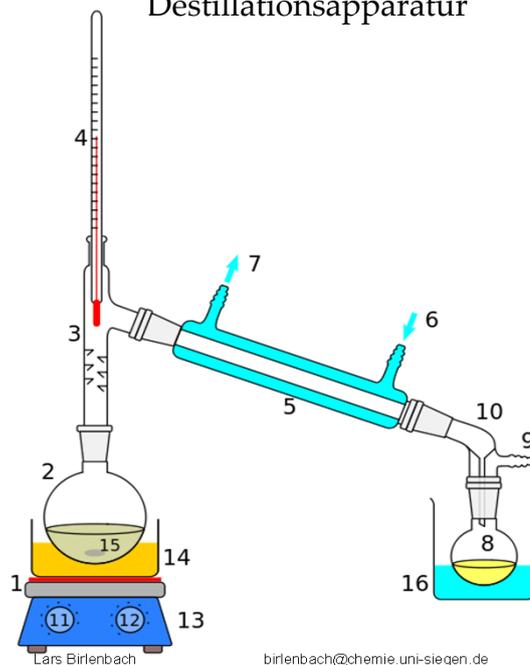
mobile Phase: Ethanol

Adsorption am Aluminiumoxid,
je polarer, desto stärker

Polarität Lösungsmittel beeinflusst
Adsorption und damit
Wanderungsgeschwindigkeit

hydrostatischer Druck

Destillationsapparatur



aus Wikipedia

Destillation

Ausnutzung unterschiedlicher Siedepunkte

leichter siedende Komponente reichert sich im Dampf an

Verbesserung der Trennung durch Vigreux-Kolonne

Glas ist zerbrechlich

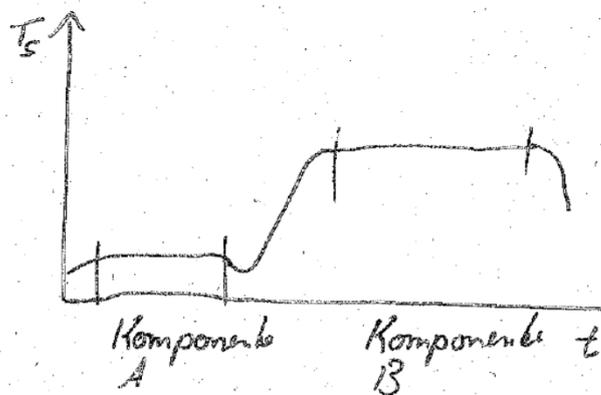
max. Ölbadtemperatur 200 °C

vor Inbetriebnahme vom Assistenten überprüfen lassen

Schliffe fetten
vor Rückgabe der Apparatur mit Heptan wieder entfetten



Temperaturverlauf bei einer Destillation



Destillation: Siedediagramm

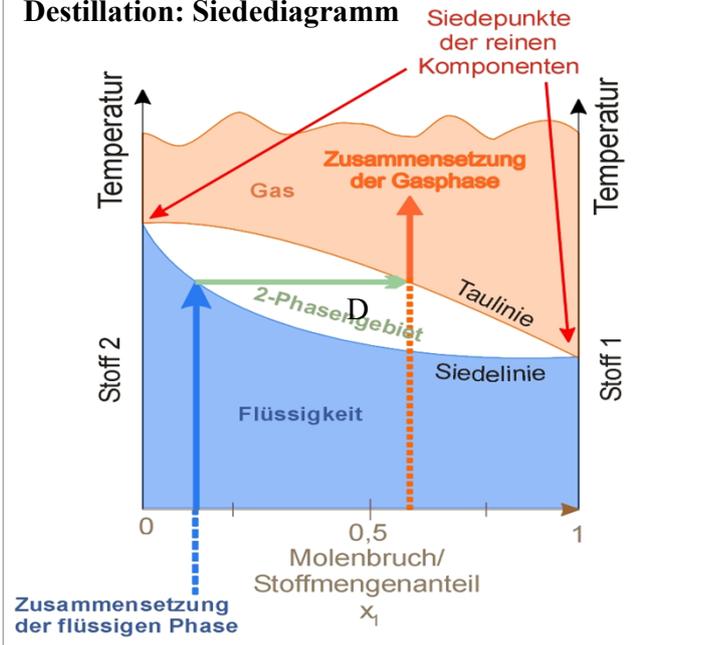


Bild aus Wikiped

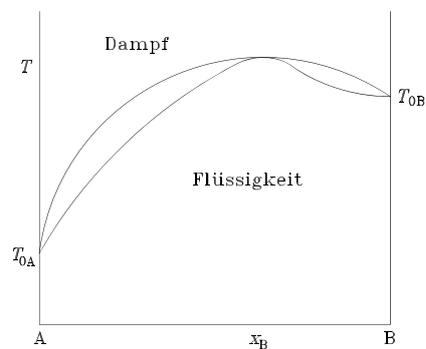
Azeotrope Mischung

Destillation gelingt nicht bei allen Mischungen

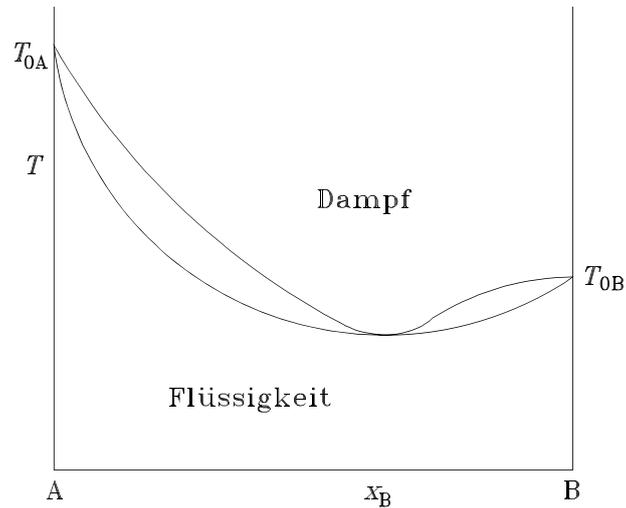
bei nicht-idealen Mischungen bildet sich oft ein Azeotrop

Im Diagramm: Azeotrop mit Siedepunktmaximum

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



Azeotrop mit Siedepunktminimum

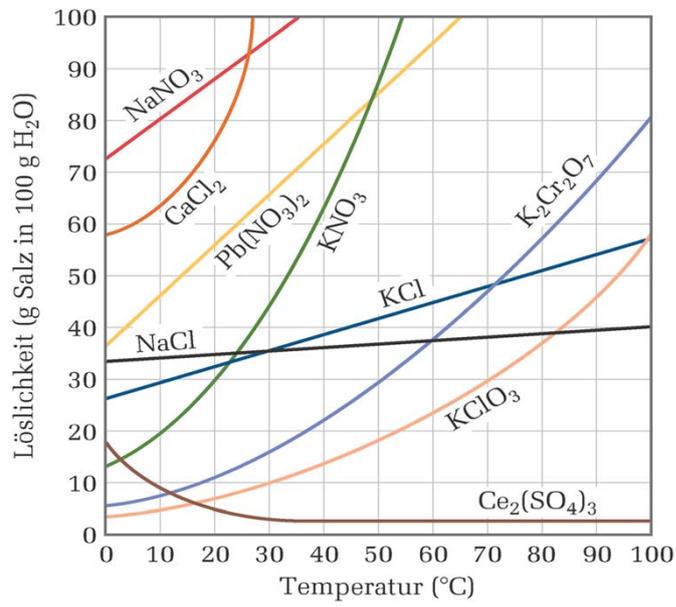


Umkristallisieren



- 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



Lars Birlebach

birlebach@chemie.uni-siegen.de

45

Melting point: Thiele-device

