

Experimentieranleitung für die Unter- und Mittelstufe



Stofftrennung



Juniorlabor
Merck // TU Darmstadt

Name:

Datum:

Willkommen im

Merck-TU Darmstadt-Juniorlabor

Das Thema, mit dem wir uns heute beschäftigen heißt:

Stofftrennung

Inhaltsübersicht

<u>Allgemeine Laborregeln:</u> Sicheres Arbeiten im Labor	3
<u>Einleitung:</u> Die Extraktion	4
<u>Versuch 1:</u> Die Extraktion	7
Fragen zur Extraktion	12
<u>Einleitung:</u> Die Destillation	13
<u>Versuch 2:</u> Die fraktionierte Destillation von Rotwein	14
Fragen zur Destillation	18

Allgemeine Laborregeln

Sicheres Arbeiten im Labor

1. Im Labor müssen Schutzbrille und Kittel getragen werden!
2. Im Labor darf weder gegessen noch getrunken werden!
3. Jeder Hautkontakt mit Chemikalien ist zu vermeiden!
4. Das Labor darf nur mit festem Schuhwerk und langer Beinkleidung betreten werden.
5. Lange Haare sollten zusammengebunden werden.
6. Jacken und Taschen dürfen nicht ins Labor mitgenommen werden!
7. Im Labor müssen alle Gefäße in denen Chemikalien sind, beschriftet werden.
8. Lies vor jedem Experiment genau die Versuchsanleitung.
9. Frage bei Problemen die Betreuer*innen.
10. Lasse den Versuchsaufbau stets von einem/r Betreuer*in kontrollieren!
11. Lies die Beschriftung von Chemikalien genau, bevor du sie verwendest.
12. Gehe sorgfältig und sachgerecht mit allen Laborgeräten um!
13. Abfälle dürfen nicht ohne Erlaubnis in den Ausguss entsorgt werden. In der Regel stehen Kanister zur Entsorgung bereit. Achte auf die Anweisungen zur Entsorgung von Chemikalienabfällen. Frage auch hier im Zweifel immer das Betreuerteam.
14. Halte die Laborräume sauber!
15. Wenn du beim Experimentieren mit Chemikalien in Kontakt gekommen bist, wasche die Hautstelle sofort ab!
16. Chemikalien darf man nicht probieren.
17. Prüfe den Geruch einer Chemikalie stets durch Zufächeln!
18. Wasche dir nach dem Verlassen des Labors unbedingt die Hände!

Einleitung:

Reinstoffe und Stoffgemische

Als Reinstoff wird ein Stoff bezeichnet, der einheitlich zusammengesetzt ist, d.h., er besteht aus nur einer Teilchensorte und kann durch Trennverfahren nicht zerlegt werden. Elemente oder Verbindungen zählen zu den Reinstoffen. Ein Reinstoff hat genau definierte Eigenschaften, die zu seiner eindeutigen Charakterisierung verwendet werden können.

Stoffgemische bestehen aus mindestens zwei Reinstoffen. Besteht ein Stoffgemisch aus mehreren Phasen (deutlich unterscheidbare und in sich einheitliche Bereiche) ist es ein heterogenes Gemisch. Homogene Gemische besitzen nur eine Phase, was bedeutet, dass man mit bloßem Auge nicht erkennen kann, dass sie aus mehreren Komponenten zusammengesetzt sind. Sie sind also nicht unmittelbar von Reinstoffen zu unterscheiden. Die unterschiedlichen Arten von Gemischen lassen sich nach den Aggregatzuständen der beteiligten Stoffe ordnen:

Heterogene Gemische:

Aggregatzustände der einzelnen Phasen	Name	Beispiel
fest – fest	Gemenge	Granit (verschiedene Mineralien)
fest – flüssig	Suspension	Sand in Wasser
fest – gasförmig	Rauch	Abgase (Rußteilchen in Luft)
flüssig – flüssig	Emulsion	Milch (Öl in Wasser)
flüssig – gasförmig	Schaum, Nebel	Badeschaum (Luft in Seifenlösung), Nebel (Wasser in Luft)

Homogene Gemische:

Aggregatzustände der Bestandteile	Name	Beispiel
fest - fest	Legierung	Messing (Kupfer – Zink), Bronze (Kupfer – Zinn)
flüssig - fest	Lösung	Salzwasser (Salz in Wasser)
flüssig - flüssig	Lösung	Essigessenz (Essigsäure in Wasser)
gasförmig - gasförmig		Luft (verschiedene Gase)

Stofftrennung

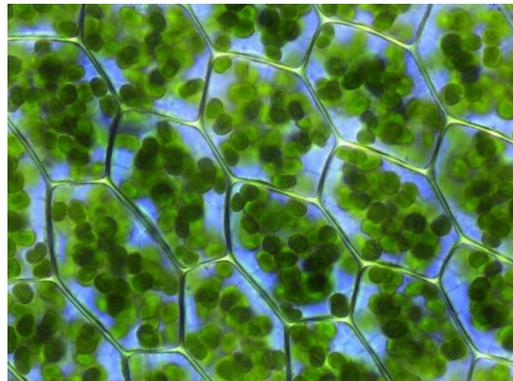
In der Chemie hat man es sehr häufig mit Stoffgemischen zu tun. Oft ist man nur an einzelnen Komponenten aus einem Stoffgemisch interessiert. Die große Kunst ist es nun, diese Stoffgemische so zu trennen, dass man die gewünschten Komponenten in möglichst reiner Form erhält. Zwei Trennverfahren, die Extraktion und die Destillation, sollen heute näher behandelt werden.

Die Extraktion

Ein Trennverfahren, das wir heute kennenlernen ist die Extraktion. Extraktion bedeutet „Herausziehen“ (von lateinisch *ex* = heraus und *trahere* = ziehen). Das Wort Extraktion ist verwandt mit dem Wort Traktor. Ein Traktor zieht einen Anhänger, bei einer Extraktion zieht man etwas heraus.

Bei einer Extraktion wird mit einem (festen, flüssigen oder gasförmigen) Extraktionsmittel eine (oder mehrere) Komponente aus einem Stoffgemisch (aus festen, flüssigen oder gasförmigen Einzelstoffen bestehend), dem Extraktionsgut, herausgelöst.

Im heutigen Versuch soll der grüne Farbstoff aus Gras extrahiert werden. Dieser Farbstoff heißt Chlorophyll. Er sitzt in Pflanzenzellen in kleinen Kapseln, den sogenannten Chloroplasten. Pflanzen benötigen Chlorophyll zur Photosynthese. Das ist der Prozess, bei dem die Pflanzen aus Kohlenstoffdioxid und Wasser Traubenzucker aufbauen und dabei auch Sauerstoff wird produzieren.



Wenn kein Gras verfügbar ist, kann alternativ eine Extraktion der Farbe aus Karotten erfolgen. Den Farbstoff, der die Karotte orange färbt, nennt man auch Carotin. Carotin kommt nicht nur in Karotten, sondern auch in Paprika, Kürbissen oder Tomaten natürlich vor. Das aus diesen Pflanzen extrahierte Carotin wird in der Industrie in vielen Lebensmitteln zugesetzt, um eine Gelbfärbung zu erreichen. Bei Orangenlimonade wird er z.B. zugesetzt um einen intensiveres Orange zu erreichen.

Für den Versuch brauchen wir ein geeignetes Lösungsmittel. Wasser ist ein gutes Lösungsmittel für viele Stoffe, aber ist es auch geeignet, um Karotten oder Gras die Farbe zu entziehen? Wenn man nun daran denkt, wie man zuhause Karotten kocht, nämlich in einem Topf mit Wasser, kann man die Antwort erahnen. Die Karotten verlieren weder ihre Farbe, noch ist das Wasser hinterher orange. Wasser ist offenbar nicht das richtige Lösungsmittel.

Ein Lösungsmittel, welches viel besser funktioniert, ist Aceton. Im Haushalt kennt man es üblicherweise als Bestandteil im Nagellackentferner, im Baumarkt findet man es bei den Lösungsmitteln. Warum funktioniert Aceton so gut? Damit sich ein Stoff in einem Lösungsmittel gut löst, müssen beide ähnliche Eigenschaften haben. Man sagt auch „Ähnliches wird von Ähnlichem gelöst“ („*similis similibus solvuntur*“). Der Karottenfarbstoff ähnelt dem Aceton in seinen Eigenschaften mehr als dem Wasser. Auch bei Gras funktioniert Aceton sehr gut.

Extraktionsverfahren, die beinahe täglich in vielen Haushalten durchgeführt werden, sind z.B. das Zubereiten von Kaffee oder Tee. Beim Kaffeekochen extrahiert man mit Wasser als Lösungsmittel Coffein, Farb- und Aromastoffe aus Kaffeepulver.



Versuch 1:

Die Extraktion

Geräte/Materialien:

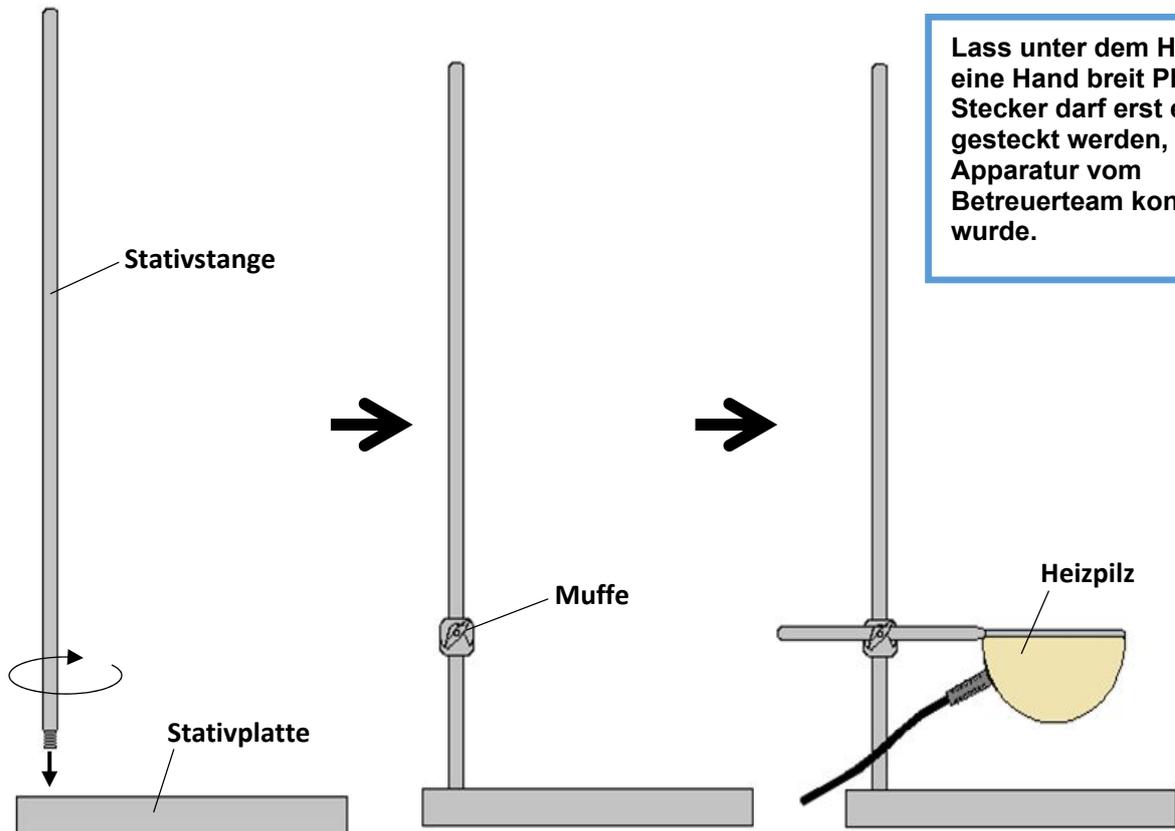
- Stativplatte
- 2 Stativklammern
- Heizpilz
- Soxhlet-Apparat
- Kühler
- 2 Schlaucholiven
- Schere
- Stativstange
- 3 Stativmuffen
- Rundkolben (250 ml)
- Soxhlethülse
- 2 Schläuche
- 3 Schlauchklemmen
- Siedesteinchen

Chemikalien und Zutaten:

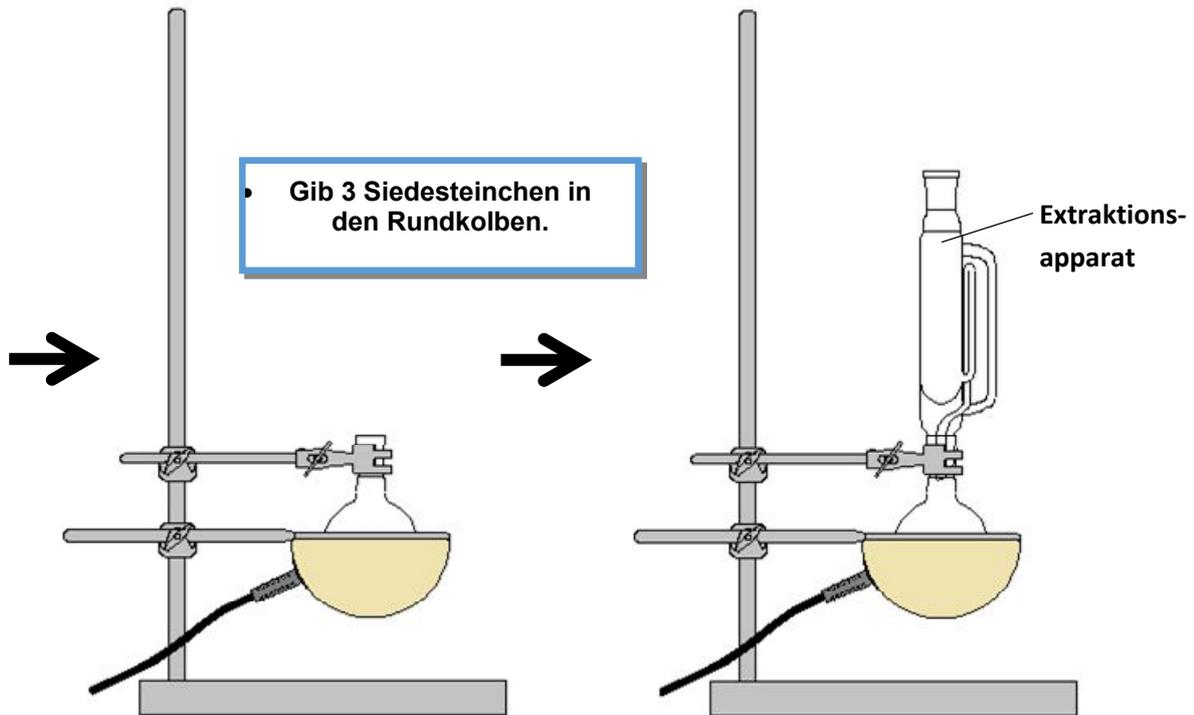
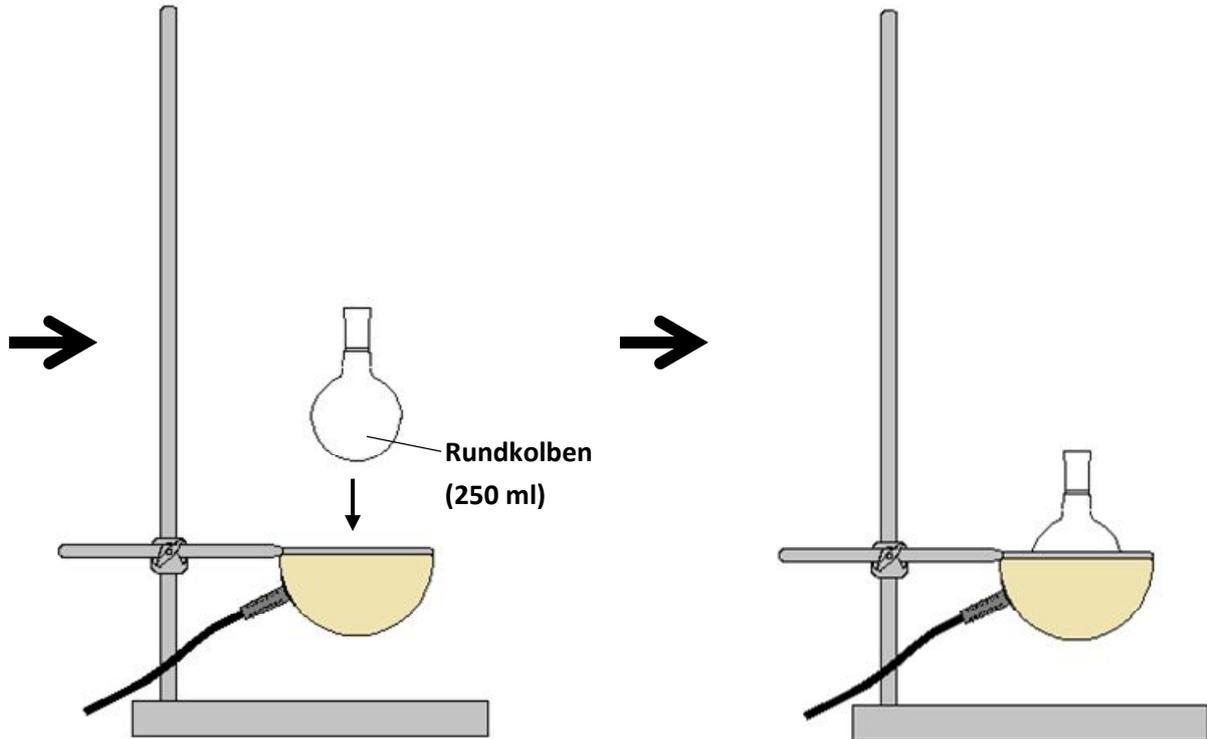
Gefahrstoffe		
Name	H-und P-Sätze	GHS-Symbol
Aceton	<p>Gefahrenhinweise H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar H319 Verursacht schwere Augenreizung H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.</p> <p>Sicherheitshinweise - Prävention P210 Von Hitze, Funken, offener Flamme, heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen.</p> <p>Sicherheitshinweise - Reaktion P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.</p> <p>Sicherheitshinweise – Lagerung P403+P233 An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Behälter dicht verschlossen halten.</p> <p>Ergänzende Gefahrenmerkmale EUH066 Wiederholter Kontakt kann zu spröder oder rissiger Haut führen.</p>	
Gras oder Karotten	-	-

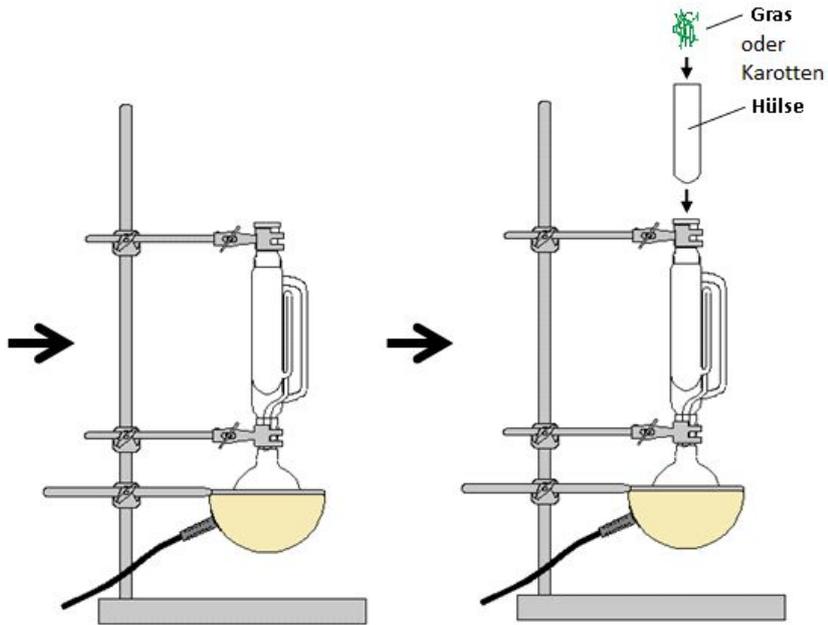
Aufbau und Durchführung:

- Zerkleinere das Gras (Schere) oder die Karotten (Messer) Je kleiner, desto besser.
- Baue die Apparatur wie folgt auf:

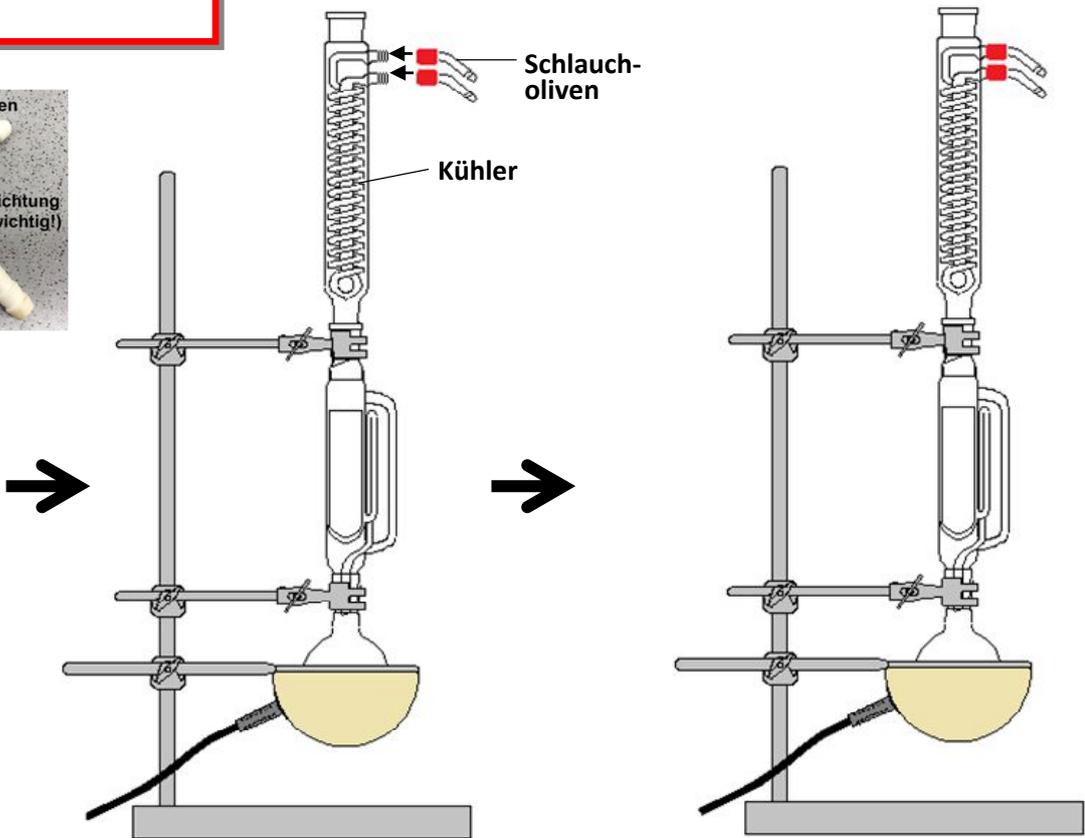


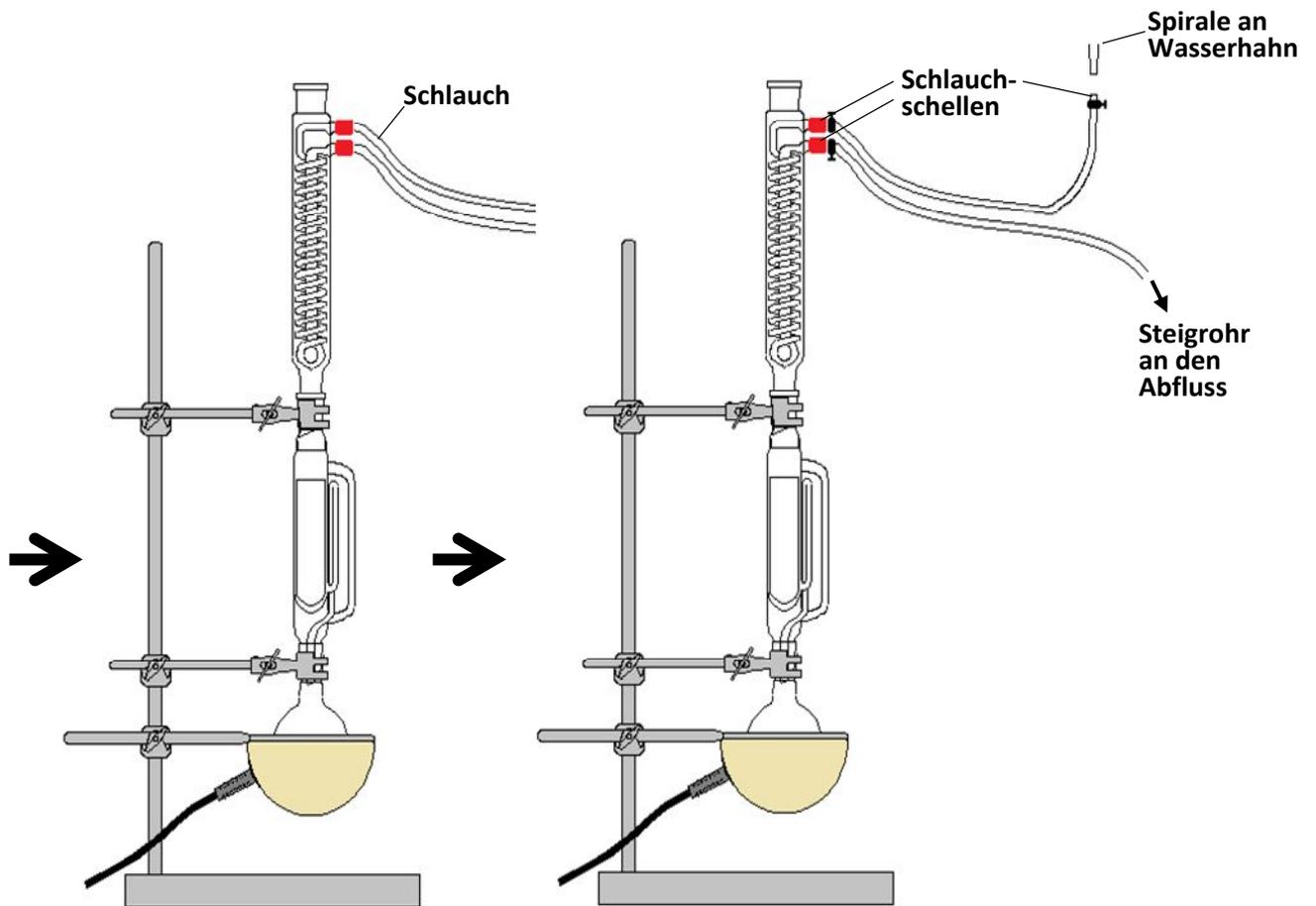
Lass unter dem Heizpilz ca. eine Hand breit Platz. Der Stecker darf erst eingesteckt werden, wenn die Apparatur vom Betreuerteam kontrolliert wurde.



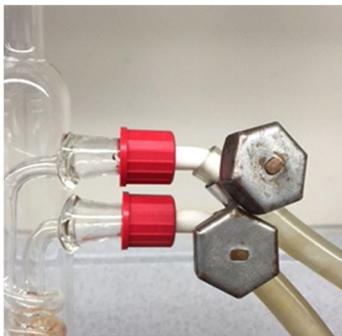


!!! Achtung !!!
Dichtungen müssen vorhanden sein.





Die Schlauchschellen müssen wie folgt auf dem Schlauch sitzen:



!!! Achtung !!!
Stecke noch nicht den Stecker in die Steckdose und drehe noch nicht den Wasserhahn an. Das Betreuer team kontrolliert die Apparatur und gibt euch Aceton.

- Wenn die Kühlwasseranschlüsse dicht sind, kann der/die Betreuer*in Aceton in den Rundkolben füllen (etwa halb voll, ca. 150 ml), fülle das Aceton bitte nicht selbst ein!).
- Stecke nun erst den Stecker vom Heizpilz in die Steckdose.
- Stelle den Schalter auf Stufe III. Der Schalter hat fünf Stellungen 0 – I – II – III – 0.
- Warte, beobachte und versuche die Fragen auf Seite 13 zu beantworten.

Fragen zur Extraktion

1) Wie gelangt der Aceton-Dampf an den Kühler?

durch das dicke Rohr oder

durch das dünne Rohr? Kreuze an!

2) Durch welches Rohr fließt das Aceton nach unten in den Rundkolben?

durch das dicke Rohr oder

durch das dünne Rohr? Kreuze an!

3) Beschreibe das Aussehen des Extraktes (der Flüssigkeit im Rundkolben) am Ende

.....

4) Der Extrakt ist

homogen

heterogen

5) Wenn der Aceton-Dampf an den Kühler gelangt, ist er dann farbig oder farblos?



Entsorgung:

Alle Aceton-Reste sammelt das Laborteam für euch ein. Diese werden zurückdestilliert und weiterverwendet.

Gras und Karottenreste dürfen im Restmüll entsorgt werden.

Einleitung:

Die Destillation

Die Destillation ist ein Trennverfahren, mit dem man Flüssigkeiten (d.h. homogene Mischungen) voneinander trennen kann. Die Trennung beruht auf den unterschiedlichen Siedepunkten der im homogenen flüssig/flüssig Gemisch vorkommenden Reinstoffe. Das funktioniert umso besser, je größer die Siedepunktunterschiede der einzelnen Komponenten sind. Man kann z. B. zwei Flüssigkeiten mit unterschiedlichen Siedepunkten trennen, man kann aber auch eine Flüssigkeit von einem darin gelösten Feststoff trennen.

Folgende Vorgänge laufen während einer Destillation ab:

- Bei der Destillation wird zunächst das Ausgangsgemisch zum Sieden gebracht.
- Der entstehende Dampf, der sich aus den verschiedenen flüchtigen Komponenten der zu trennenden Lösung zusammensetzt, wird in einem durch Abkühlen wieder verflüssigt (kondensiert). Im Labor verwendet man oft einen Liebigkühler, der mit Wasser gekühlt wird.
- Das flüssige Kondensat wird in einem geeigneten Gefäß aufgefangen.
- Typische Anwendungen der Destillation sind das Brennen von Alkohol und das Destillieren (die Rektifikation) von Erdöl in der Raffinerie oder auch die Herstellung von destilliertem Wasser.

Versuch 2:

Die fraktionierte Destillation von Rotwein

Geräte/ Materialien:

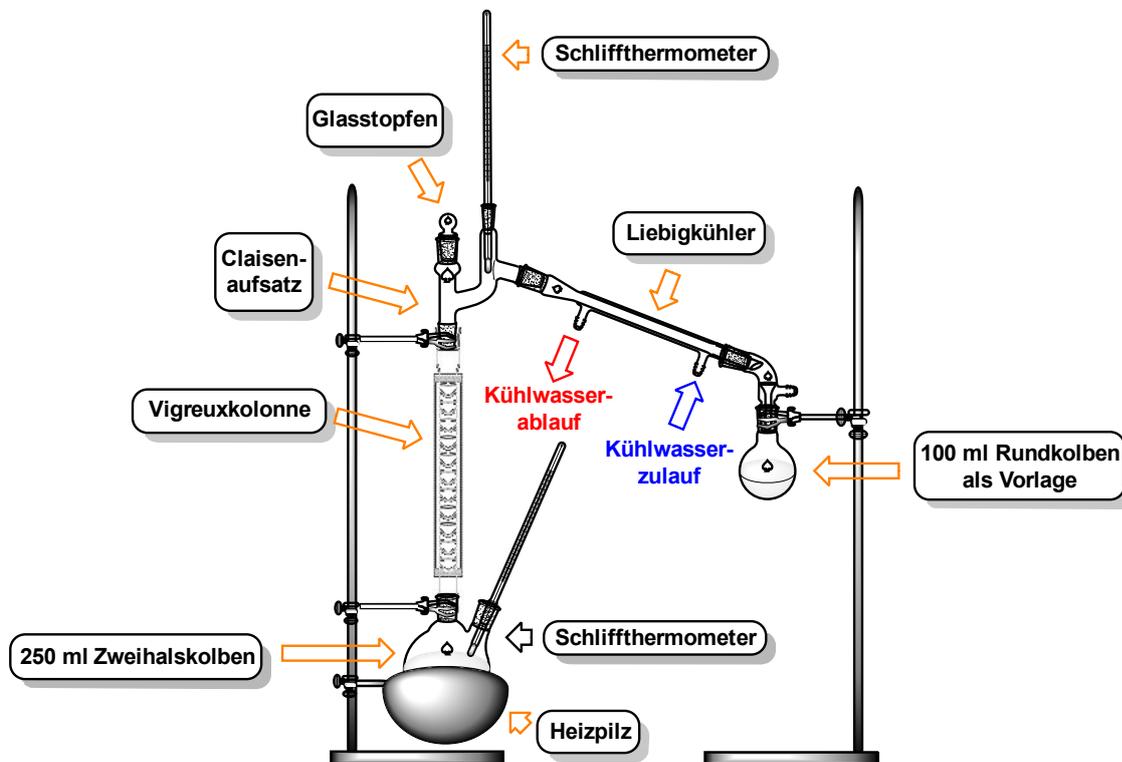
- 2 Stativplatten
- 4 Stativmuffen
- Zweihalskolben (250 ml)
- Glasstopfen
- Claisenaufsatz mit Liebigkühler (Destillationsbrücke)
- 2 Schlaucholiven
- Rundkolben (100 ml)
- Trichter
- 2 Stativstangen
- 3 Stativklammern
- 2 Schliffthermometer (lang & kurz)
- Vigreuxkolonne
- 2 Schläuche
- 3 Schlauchklemmen
- Standzylinder (100ml)
- Siedesteinchen

Chemikalien & Zutaten:

Gefahrstoffe		
Name	H-und P-Sätze	GHS-Symbol
Ethanol (aus Rotwein)	<p>Gefahrenhinweise H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar H319 Verursacht schwere Augenreizung</p> <p>Sicherheitshinweise - Prävention P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten. Nicht rauchen. P233 Behälter dicht verschlossen halten.</p> <p>Sicherheitshinweise - Reaktion P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.</p>	

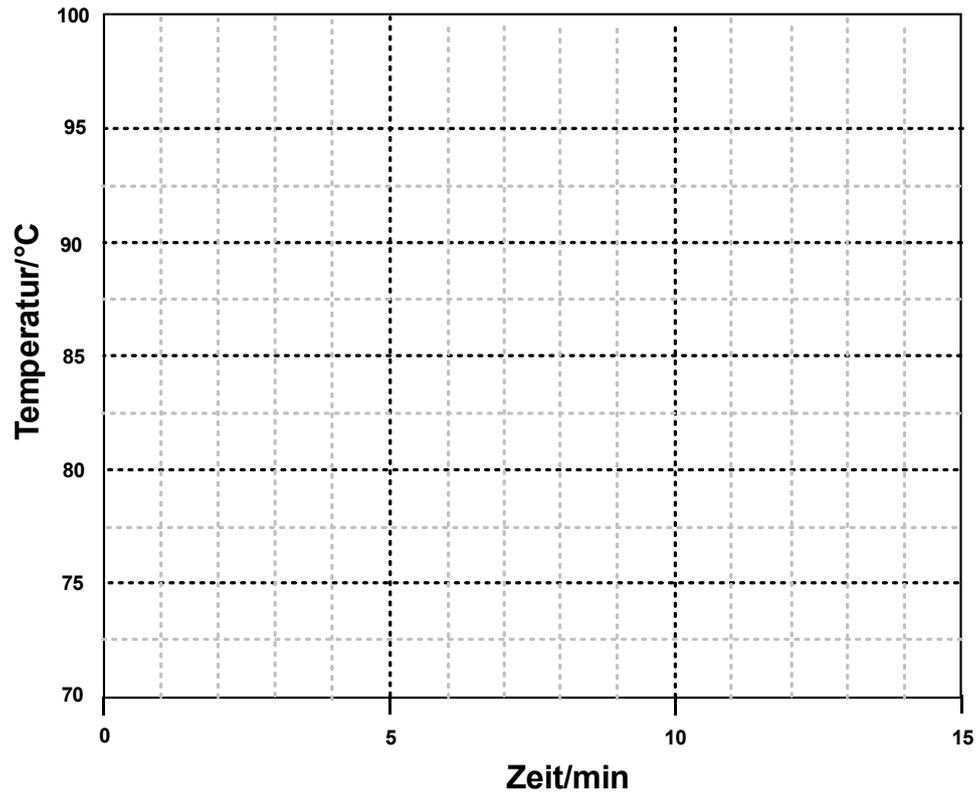
Aufbauanleitung:

- 1) Baue zusammen mit deinem Laborpartner eine Destillationsapparatur auf (siehe Skizze).



- Bringe die Kühlwasserschläuche mit Schlaucholiven am Liebigkühler an und sichere sie mit Schlauchschellen.
 - Schließe den Kühlwasserzulauf an den unteren Anschluss an.
 - Lasse dir ein Schliffthermometer von dem/der Betreuer*in geben.
 - Stecke den Stecker vom Heizpilz erst ein, wenn der/die Betreuer*in den Kühlwasseranschluss auf Dichtigkeit überprüft hat.
- 2) Gib über den Seitenhals des Zweihalskolbens erst drei Siedesteinchen und dann 170 ml Rotwein. Benutze dafür einen Messzylinder und einen Trichter.
 - 3) Stelle das Kühlwasser an. Es darf nichts tropfen! Stecke den Heizpilz ein, wenn die Apparatur dicht ist. Der Heizpilz wird auf Stufe III gestellt.

Die Destillation wird abgebrochen, wenn das obere Thermometer (am Kolonnenkopf) über 82 °C steigt.



Fragen zur Destillation:

1) Bei welcher Temperatur siedet reiner Alkohol (Ethanol)?

.....

2) Bei welcher Temperatur siedet reines Wasser?

.....

3) Welcher Stoff (Alkohol oder Wasser) verdampft also leichter?

.....

4) Erkläre, warum das untere Thermometer sofort steigt, während das obere Thermometer erst nach einiger Zeit einen plötzlichen Temperaturanstieg anzeigt. Auf welche Temperatur steigt das obere Thermometer dann?

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

5) Wie viel Alkohol (Ethanol) sollte in 170 mL Rotwein enthalten sein?

.....

6) Bestimme das Volumen des Destillats. Wie viel Alkohol hast du erhalten?

.....

7) Vergleiche dein Ergebnis mit den Angaben auf der Rotweinpackung/-flasche

.....

8) Wenn wir die Destillation nicht abgebrochen hätten, welche Flüssigkeit hätten wir als nächstes erhalten? Auf welche Temperatur wäre das obere Thermometer in diesem Fall gestiegen?

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Erläuterungen:

Rotwein ist eine (homogene) Lösung aus Wasser, Alkohol und weiteren Zusatzstoffen. Der Siedepunkt von Wasser liegt bei Normaldruck bei 100°C und ist damit höher als der von Alkohol, der bei 78°C liegt. Es gibt viele verschiedene Alkohole. Ihre Namen, enden auf „ol“ (Propanol, Butanol, Methanol, etc.). Den Alkohol, der in Getränken vorzufinden ist, nennt man Ethanol.

Bei der Destillation eines Ethanol-Wasser-Gemisches gibt es eine Besonderheit. Bei einer Zusammensetzung von 96.4 Vol-% Ethanol und 3.6 Vol-% Wasser hat das Gemisch einen einheitlichen Siedepunkt. In diesem Sonderfall kann man die beiden Stoffe Wasser und Ethanol nicht weiter durch Destillation trennen. Das Gemisch nennt man auch ein azeotropes Gemisch. Man sagt auch, dass Wasser und Alkohol bei 96.4 Vol-% ein Azeotrop bilden.

Wegen dieser Besonderheit wird bei der fraktionierten Destillation von Rotwein nicht reines Ethanol, sondern „nur“ 96.4 Vol-%iges Ethanol in der Vorlage erhalten.

Wie kann man denn 100 % reines Ethanol bekommen?

Durch Destillation kann man kein reines Ethanol erhalten. Um dennoch reines Ethanol zu erhalten, muss man eine wasserentziehende Substanz zugeben, die mindestens so viel Wasser an sich bindet, dass der Ethanolgehalt über 96.4 Vol-% liegt.

Wenn man nun ein solches Gemisch einer fraktionierten Destillation unterzieht, so destilliert wieder das niedriger siedende 96.4 Vol-%ige Azeotrop über und im Destillationskolben bleibt theoretisch reines Ethanol zurück. Man kann das wasserentziehende Mittel aber auch so einsetzen, dass es das gesamte Wasser entzieht.

% oder Vol.-% – Ist das dasselbe?

Nein, 96.4 Vol.-% entsprechen 95.4 Massenprozent Ethanol.

Die Angabe „%“ bedeutet immer Massen-Prozent!

(D.h. wie viel Gramm Ethanol sind in 100 g Ethanol/Wasser-Gemisch enthalten?)

Die Angabe „Vol.-%“ bedeutet Volumenprozent.

(D.h. wie viel Volumen Ethanol sind in 100 mL des Gemisches Ethanol/Wasser enthalten?) Hierbei muss man beachten, dass sich das Gemisch zusammenzieht:

d.h. 20 mL Ethanol und 80 mL Wasser ergeben

nicht (!) 100 mL Gemisch, sondern weniger!



Entsorgung:

Alle Flüssigkeiten werden in den Lösungsmittelabfallkanister entsorgt.