

Experiment Aufreinigung durch Umkristallisation

Wie reinigt man eine feste Substanz, die mit anderen Feststoffen verunreinigt ist?

Wenn sich die Löslichkeit der Hauptsubstanz und der Verunreinigung genügend stark unterscheiden oder nur relativ wenig Verunreinigung vorhanden ist, kann die Hauptsubstanz durch Umkristallisieren gereinigt werden.

Material:

- 7.96 g KClO_4 (Kaliumperchlorat)
- 0.04 g KMnO_4 (Kaliumpermanganat)
- 1 Becherglas 100 ml
- 1 Stativ mit 1 Muffe und grosser Klammer
- 1 Nutsche (Durchmesser = 5 cm) mit Filterpapieren und Gummidichtung (schwarz)
- 1 Saugflasche 250 ml
- 1 Wasserstrahlpumpe mit Schlauch (rot)
- 1 Dreibein mit Drahtnetz
- 1 Gasbrenner
- 1 Erlenmeyerkolben 100 ml
- 1 Messzylinder 50 ml
- 1 Thermometer
- 1 Tiegelzange

Gefahren:

Kaliumperchlorat: brandfördernd
Kaliumpermanganat: brandfördernd,
ätzend, gewässergefährdend

Sicherheitsmassnahmen:

Schutzbrille dauernd tragen.
lange Haare zusammenbinden.
Heisses Becherglas mit Tiegelzange greifen!

Durchführung:

A) Mischung herstellen:

Stellen Sie ein Gemisch aus 7.96 g KClO_4 und 0.04 g KMnO_4 her, indem Sie die Substanzen einzeln abwägen und in einem 100 ml Becherglas vermischen. Dazu wird das Gemisch im Becherglas mit 40 ml dest. Wasser versetzt. Danach erhitzt man auf einem Dreibein über dem Gasbrenner bis zum Sieden (nur leicht sieden durch Regelung des Gasbrenners!) und wartet, bis sich eine klare Lösung gebildet hat (also alles gelöst ist).

B) Aufreinigen der Hauptsubstanz:

In der heissen Lösung von Teil **A**) sind beide Komponenten gelöst.

Beim anschliessenden Abkühlen der klaren Lösung kristallisiert die Hauptsubstanz aus, der grösste Teil der gutlöslichen Verunreinigung bleibt jedoch gelöst.

Man giesst dazu die noch warme Lösung in einen 100 ml Erlenmeyerkolben und stellt diesen in ein Eisbad, bis $T < 20^\circ\text{C}$ ist (ca. 5 min). Durch die Abkühlung kristallisiert eine grössere Menge des gewünschten Salzes rasch aus. Dieses wird durch Vakuumfiltration mit einer Nutsche von der violetten Lösung abgetrennt.

(Tipp: gut mit Unterdruck absaugen und Vorsicht beim Abstellen der Wasserstrahlpumpe!)

3. Weitere Umkristallisationen

Durch mehrfaches Wiederholen der Umkristallisation (heiss Lösen im Becherglas, auskristallisieren im Erlenmeyerkolben) kann die Reinheit der Hauptsubstanz weiter gesteigert werden, allerdings geht dabei auch jedes Mal etwas Hauptsubstanz verloren. Die zum Lösen benötigte Menge Wasser wird deswegen bei jedem Durchgang kleiner! Wägen Sie deshalb jedes Mal das gewonnene Produkt ab und passen Sie die Wassermenge an (40 ml dest. Wasser korrigiert auf das Verhältnis von gewonnener Menge / Startmenge). Geben Sie nach jeder Umkristallisation und Auswaage eine kleine Probe des auskristallisierten Salzes auf eine der untenstehenden Felder und halten Sie das Schlussresultat photographisch fest. Man kann die Umkristallisation prinzipiell so lange wiederholen, bis das auskristallisierte Salz völlig farblos wird (vgl. reines KClO_4).

