

## **II. TRENNUNGSPRINZIPIEN**

---

### **1. Einführung**

---

Das Kapitel „Trennungsprinzipien“ befasst sich mit den gängigen Methoden zur Trennung von Stoffen und Reinigung von Rohprodukten. Viele Methoden werden auch im Pharmabereich oder in der Dopinganalyse verwendet. Sie werden in diesem Kapitel vielfach mit physikalisch-chemische Trennungsprinzipien konfrontiert; in einem Versuch synthetisieren Sie aber auch zunächst eine (allseits bekannte) Verbindung, um sie anschliessend in reiner Form zu isolieren.

### **2. Theorie**

---

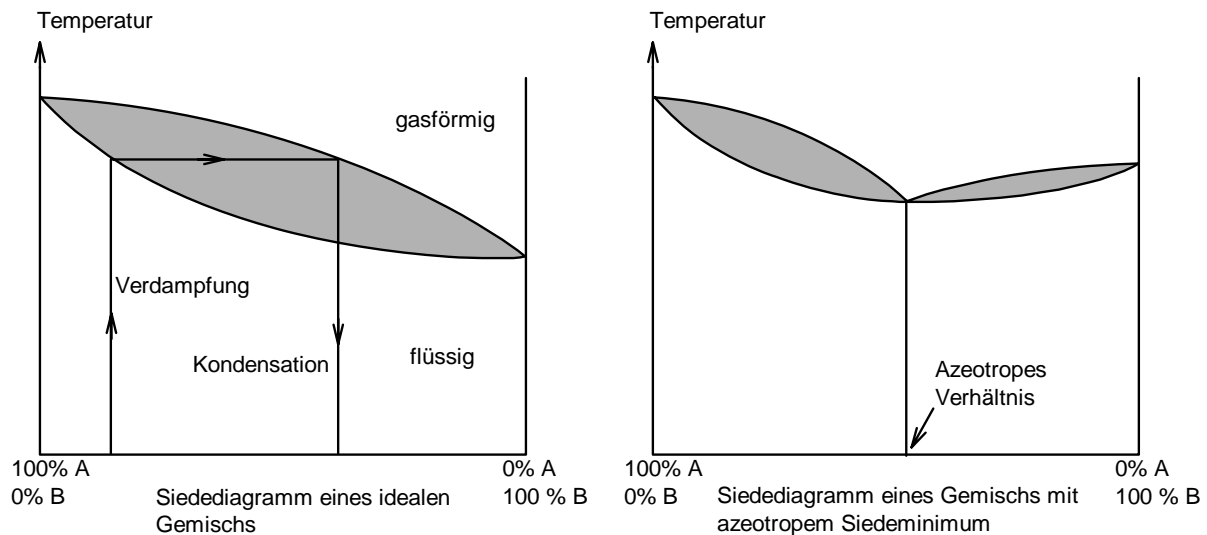
#### **2.1 Destillation**

Der Siedepunkt einer Verbindung ist die Temperatur, bei der ihr Dampfdruck gleich dem Umgebungsdruck ist. Wasser zum Beispiel siedet bei einem Umgebungsdruck von 1 atm (1013.25 hPa) bei 100 °C. Also beträgt der Dampfdruck von Wasser bei 100 °C 1013.25 hPa. Siedepunktunterschiede zwischen verschiedenen Verbindungen kann man zur Auftrennung flüssiger Mischungen in ihre Komponenten mittels Destillation ausnutzen. Durch Wärmezufuhr wird das Gemisch verdampft, der Dampf wird abgeleitet und andernorts wieder kondensiert. Im Dampf und damit im Kondensat wird die flüchtigere Komponente angereichert.

Bei verringertem Umgebungsdruck wird schon bei tieferen Temperaturen derjenige Punkt erreicht, bei dem der Dampfdruck gleich dem Aussendruck ist. Das heisst: Bei niedrigerem Aussendruck siedet eine Substanz bei niedrigerer Temperatur. Dies eröffnet die Möglichkeit, wärmeempfindliche Verbindungen durch eine sogenannte Vakuumdestillation relativ schonend zu reinigen.

Der Idealfall, dass sich zwei mischbare flüchtige Substanzen bei der Destillation gegenseitig nicht beeinflussen, ist selten. Meist zeigt das Gemisch zweier solcher Stoffe ein nicht ideales Siedeverhalten unter Bildung sog. azeotroper Gemische, die

ein Minimum oder Maximum der Siedetemperatur aufweisen. Eine Trennung nur durch Destillation ist dann oft unmöglich. Beispiele für azeotrop siedende Mischungen sind Gemische von Chloroform und Aceton (Siedepunktmaximum) oder Gemische von Ethanol und Wasser (Siedepunktminimum).



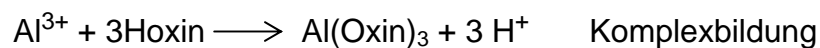
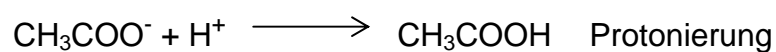
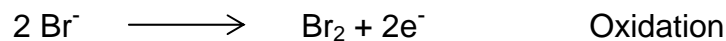
## Verteilungsgleichgewichte

Wenn wir von Verteilungsgleichgewichten sprechen, so betrachten wir grundsätzlich Systeme mit mehreren Komponenten, zwischen denen Phasengrenzen bestehen. Bringt man ein Stoffgemisch mit einem solchen mehrphasigen System in Kontakt, so bestimmen die unterschiedlichen Wechselwirkungen zwischen den Teilchen, in welcher Phase ein bestimmter Bestandteil des Stoffgemisches sich bevorzugt aufhält. Diese Unterschiede lassen sich zum Teil zur Trennung von Gemischen ausnutzen. Einige der wichtigsten und elegantesten präparativen Trennmethode beruhen auf diesem Prinzip.

### 2.1.1 Flüssig-Flüssig-Verteilung (-Extraktion)

Diese Separationsmethode beruht auf der Verteilung einer Substanz zwischen zwei miteinander in Kontakt stehenden, jedoch nicht mischbaren Lösungsmitteln. Verwendet man beispielsweise die beiden Lösungsmittel Wasser und Tetrachlorkohlenstoff ( $\text{CCl}_4$ ), und gibt ein Salz, beispielsweise  $\text{KBr}$ , dazu, so hat das Salz eine viel grössere Tendenz, sich im Wasser zu lösen als in  $\text{CCl}_4$ . Man wird das eingegebene  $\text{KBr}$  praktisch vollständig in der sogenannten "wässrigen Phase" wiederfinden. Gibt man als andererseits eine aus unpolaren Molekülen aufgebaute Substanz (z.B. elementares Brom,  $\text{Br}_2$ ) in das Lösungsmittelsystem ein, so wird man das Brom vorwiegend in der "nichtwässrigen Phase", im  $\text{CCl}_4$ , wiederfinden. Damit

hat man eine Möglichkeit, Salze von molekularen Stoffen zu trennen. Im Zusammenwirken mit geeigneten chemischen Reaktionen ergeben diese Tendenzen zur Bevorzugung des einen Lösungsmittels sehr elegante Trennverfahren. Beispielsweise kann man geladene Teilchen durch irgendeine chemische Reaktion in ungeladene Teilchen überführen und diese anschliessend durch Extrahieren in eine org. Phase von anderen anwesenden Ionen trennen. Beispiele solcher Übergänge von geladenen Teilchen in ungeladene Teilchen sind:



Die Lösungsmittlextraktion hat zwei Hauptanwendungen gefunden. Zum einen lassen sich kleine Substanzmengen aus grossen Volumen wässriger Lösung sehr einfach in ein kleines Volumen eines organischen Lösungsmittels überführen und derart aufkonzentrieren. Davon wird beispielsweise Gebrauch gemacht beim Ausschütteln von organischen Säuren aus wässrigen Lösungen mit Ether als organischer Phase. Eine zweite Anwendung erlaubt es, Gemische von Metallionen zu trennen, wenn die einzelnen Metallionen einen merklichen Unterschied in der Komplexstabilität mit einem bestimmten Liganden, z.B.  $\text{Cl}^-$  aufweisen. Das Metall, das leichter einen ungeladenen Chlorokomplex bildet, wird sich bevorzugt in die organische Phase überführen lassen. Derart konnte man die beiden Elemente Scandium und Thorium, welche mit anderen Methoden kaum zu separieren sind, einfach trennen.

### 2.1.2 Chromatographie

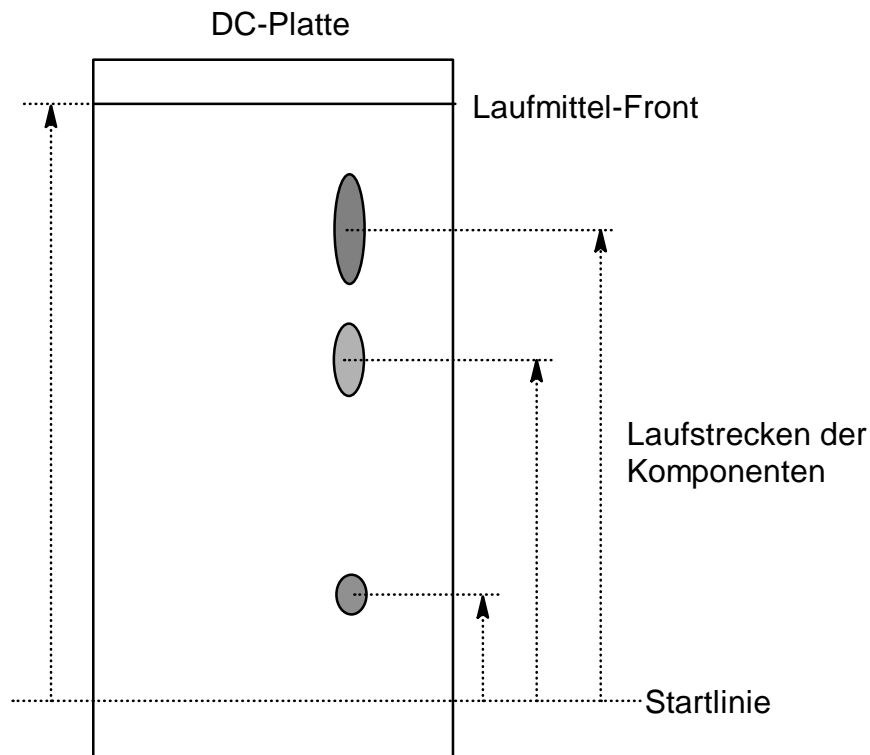
Chromatographische Methoden nutzen die unterschiedlichen Wechselwirkungen zwischen Molekülen und Feststoffoberflächen zu Trennungen aus. Die Anordnung ist im Prinzip immer dieselbe: Eine feste „stationäre Phase“ steht mit einer flüssigen oder gasförmigen „mobilen Phase“ in Kontakt. Die mobile Phase enthält das zu trennende Stoffgemisch und transportiert die Teilchen an der Feststoffoberfläche vorbei. Die Teilchen werden dabei je nach Stärke der Wechselwirkung mit der festen Phase mehr oder weniger häufig für mehr oder weniger lange Zeit an der Oberfläche

festgehalten. Diese Adsorptions- und Desorptionsvorgänge finden über die gesamte Wanderstrecke hinweg immer wieder statt, das Verteilungsgleichgewicht der fraglichen Teilchensorte zwischen fester und mobiler Phase stellt sich also viele Male ein. Daraus resultiert eine unterschiedliche Wandergeschwindigkeit für die unterschiedlichen Teilchensorten, und damit ein Trenneffekt.

Bei der Verwendung von Flüssigkeiten als mobile Phase lässt sich die Haftfestigkeit der Moleküle durch die Polarität der Flüssigkeit mitbestimmen, und diese Polarität ergibt sich aus der Zusammensetzung der Flüssigkeit (Bsp.: Gemische von Methanol-Aceton). Konkrete Anwendungsformen gibt es viele: Wird die feste Phase in einem Glasrohr zur Säule aufgeschichtet spricht man von Säulenchromatographie. Benutzt man ein Filterpapier als feste Phase, so bezeichnet man das Verfahren als Papierchromatographie. Wird eine Glas- oder Kunststoffplatte als Trägermaterial für eine dünne Schicht der festen Phase verwendet, nennt man die Methode Dünnschichtchromatographie. Auch Gase lassen sich als mobile Phase einsetzen, als "feste" Phase dient dann ein nichtflüchtiges organisches Öl, das auf die innere Oberfläche eines dünnen Quarz- oder Metallrohres aufgezogen ist (Gaschromatographie).

### *2.1.3 Dünnschichtchromatographie*

Bei der Dünnschichtchromatographie werden als stationäre Phase sogenannte DC-Platten verwendet: Glas- oder Kunststoffplatten, die mit einer dünnen Kieselgelschicht beschichtet sind. Diese Platten werden senkrecht in einen abgedeckten Behälter mit dem Laufmittelgemisch gestellt. Durch die Kapillarkräfte wird das Lösungsmittel hinaufgesogen und transportiert dabei das Stoffgemisch mit, das man zuvor auf einer Linie (Startlinie) etwa 0.5 – 1 cm vom unteren Rand entfernt auf die Platte aufgebracht hat. Hat sich die Laufmittelfront dem oberen Ende der Platte bis auf 0.5 cm genähert, nimmt man die Platte aus dem Behälter heraus und markiert sofort den Verlauf der Lösungsmittelfront. Bei geeigneter Laufmittelwahl haben die Komponenten der Mischung in derselben Zeit eine unterschiedliche Strecke auf der Platte zurückgelegt.



Die „relative Wanderstrecke“ ist für ein gegebenes Laufmittel relativ charakteristisch für eine Substanz und ist deshalb eine aussagefähige Grösse. Diese Grösse, der sog. „R<sub>F</sub>-Wert“ (**R**atio of **f**ronds) ist wie folgt definiert:

$$R_F = \frac{\text{Wanderstrecke der Substanz}}{\text{Wanderstrecke der Laufmittelfront}}$$

Gemessen wird dabei jeweils ausgehend von der Startlinie.

## 2.2 Umkristallisieren

Zur Reinigung von Feststoffen löst man sie häufig in einem geeigneten Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch auf, filtriert zur Entfernung der Verunreinigung und kristallisiert wieder aus. Dazu nutzt man entweder die Temperaturabhängigkeit der Löslichkeit eines Stoffes aus oder seine unterschiedliche Löslichkeit in verschiedenen Lösungsmitteln.

Das Prinzip dieser Methode ist recht einfach: man stellt im siedenden Lösungsmittel eine gesättigte (heißgesättigte) Lösung her, filtriert die nicht gelösten Verunreinigungen ab und lässt die Lösung abkühlen. Durch die geringere Löslichkeit der meisten

Verbindungen bei niedrigeren Temperaturen kristallisieren sie jetzt aus. Man wählt das Lösungsmittel für eine Umkristallisation deshalb auch unter dem Gesichtspunkt aus, dass es in der Kälte sehr wenig, am Siedepunkt aber sehr viel von dem zu reinigenden Stoff löst. Von der Löslichkeit bei Zimmertemperatur hängt es auch ab, wieviel des gelösten Stoffes zurückgewonnen wird. Das wird allerdings auch davon bestimmt, welche Lösungsmittelmenge man eingesetzt hat, man sollte die Lösungsmittelmenge deshalb immer möglichst klein halten. Durch die Abkühlgeschwindigkeit der filtrierten Lösung kann man Einfluss auf die Größe der entstehenden Kristalle nehmen. Kühlt die Lösung schnell ab, dann bleiben die Kristalle meist klein und lassen sich schlecht filtrieren, bei langsamem Abkühlen dagegen entstehen grössere Kristalle.

Die gereinigten Kristalle werden vom Lösungsmittel abgetrennt und getrocknet. Den Reinheitsgrad kontrolliert man durch die Bestimmung des Schmelzpunktes. Er liegt bei verunreinigten Substanzen tiefer als der Literaturwert für den reinen Stoff.

### **3. Experimente**

---

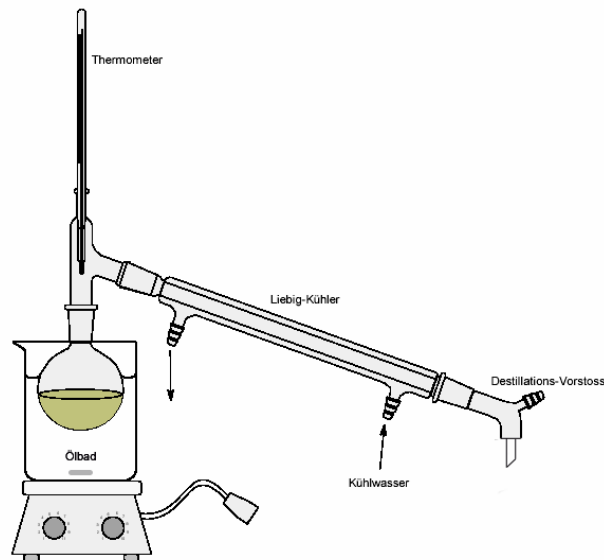
#### **Versuch II.1**

##### *Destillation von Wein*

Die Destillation von Wein liefert je nach Aufarbeitung des Produktes Grappa, Marc oder Cognac. Hier soll jedoch nicht ein trinkbarer Schnaps gewonnen werden, sondern das Ethanol-Wasser Gemisch soll in Fraktionen aufgetrennt werden, deren Alkoholgehalt über die Dichte bestimmt wird.

##### **Vorgehen**

Man bringe 100mL Wein in einen 250mL Birnkolben, füge einige Siedesteinchen hinzu und baue die Apparatur wie aufgezeichnet zusammen.



Zum Auffangen des Destillats bereite man sich 7 Reagenzgläser und die entsprechende Anzahl Parafilmstückchen zum Verschliessen vor. Die Heizung kann eingeschaltet werden, sobald das Kühlwasser läuft und die Auffanggläser bereitgestellt sind. Als Heizbadflüssigkeit wird ein Silikonöl verwendet. Das Heizbad wird gerührt und die Temperatur immer wieder kontrolliert. Sie soll 130 °C nicht überschreiten.

Man sammelt nun Fraktionen von jeweils 5-6 mL, dabei wird die Dampftemperatur beim Fallen des ersten und des letzten Tropfens notiert. Nach dem letzten Tropfen der Fraktion wird das RG mit Parafilm verschlossen und das nächste RG untergeschoben.

Zur Dichtebestimmung messe man von jeder Fraktion mittels Messpipette genau 5mL ab und wäge die Flüssigkeit. Dabei muss man rasch vorgehen, denn Ethanol ist eine leicht flüchtige Substanz und entweicht mit der Zeit, das heisst, die Dichte und das abgemessene Volumen der Flüssigkeit verändern sich.

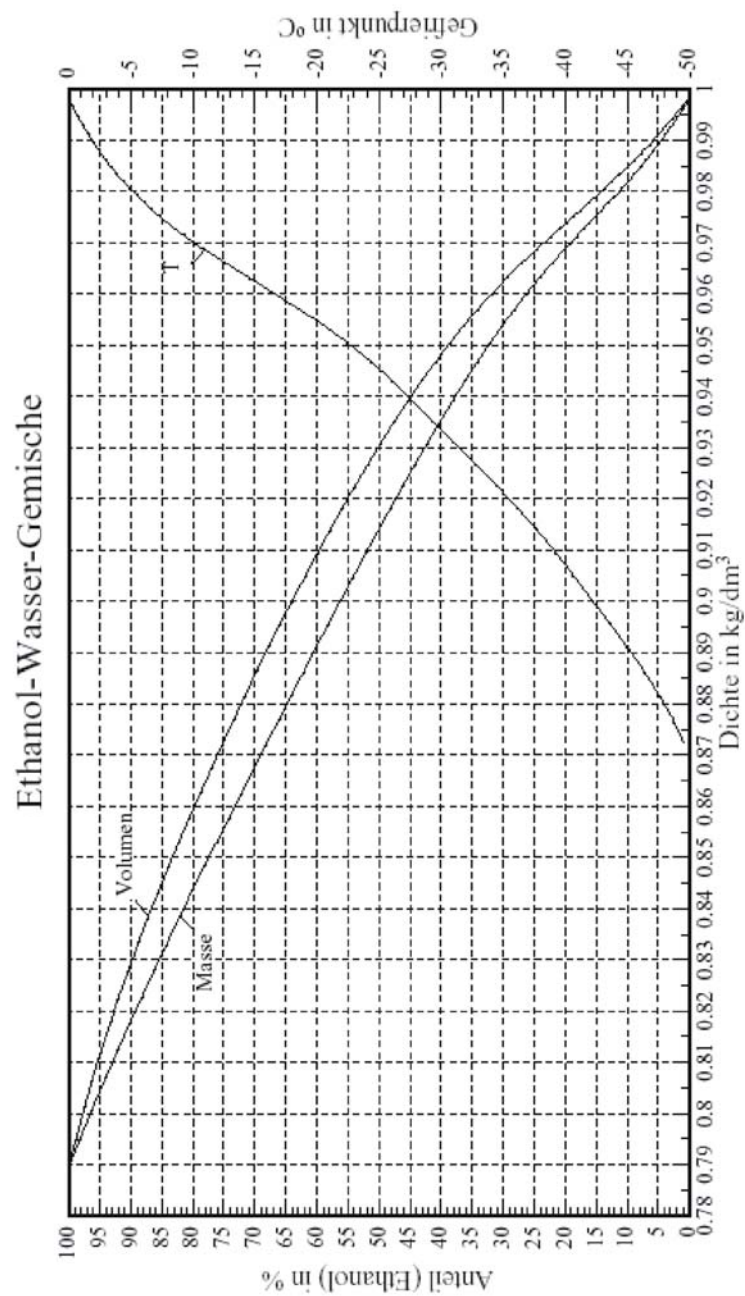
## Auswertung

$$d = \frac{m}{V}$$

Bestimmen Sie mit Hilfe des abgedruckten Dichtediagramms die Zusammensetzung der gesammelten Fraktionen in Gewichts-% sowie in Volumen-%.

## Entsorgung der eingesetzten Chemikalien

Die Abfälle dieses Versuchs können in den Abguss/Abfall gegeben werden.



## **Versuch II.2**

### *Verteilungskoeffizient von Iod zwischen Dichlormethan (CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>) und Wasser*

Ziel des Versuchs ist die Bestimmung des Verteilungskoeffizienten von elementarem Iod ( $k_{\text{Iod}}$ ) für das Lösungsmittelsystem Wasser/Dichlormethan (CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>). In beiden Phasen liegt das Iod als I<sub>2</sub> vor. Zur Bestimmung von  $k_{\text{Iod}}$  equilibriert man eine kleine Menge I<sub>2</sub> zwischen H<sub>2</sub>O und CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> und bestimmt dann die I<sub>2</sub>-Konzentration in der wässrigen Phase durch eine Titration. Die Iodkonzentration in der organischen Phase lässt sich anschliessend einfach berechnen.

### **Vorgehen**

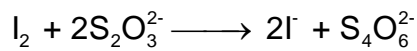
*Vorsicht! Dichlormethan ist giftig. Vermeiden Sie Hautkontakt und das Einatmen der Dämpfe!*

In einen mit 200 mL dest. Wasser gefüllten 300 mL Erlenmeyerkolben werden 10 mL der aufgestellten 0.05 M I<sub>2</sub>-Lösung in CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> einpipettiert, ein Magnetrührstab zugegeben, der Kolben mit einem Stück Alu-Folie verschlossen und der Inhalt auf dem Magnetrührer während 15 Minuten durchgerührt. Anschliessend werden die Phasen mittels Scheidetrichter separiert. Die Iodkonzentration in der wässrigen Phase wird durch Titration mit Natriumthiosulfatlösung bestimmt. Dazu geht man wie folgt vor:

Als Indikator benutzt man eine 0.5% Stärkelösung. Dazu werden 0.5 g Stärke mit 100 g Wasser in einem Becherglas aufgekocht. Man entnimmt 150 mL der wässrigen Iodlösung, füllt die 50 mL Bürette mit der ausstehenden 0.01-M Natriumthiosulfat-Masslösung und titriert die orangebraun gefärbte Probelösung solange, bis sie nur noch eine hellgelbliche Farbe zeigt. Dann werden zur besseren Endpunktserkennung einige mL Stärkelösung zugegeben. Es entsteht eine tiefblau gefärbte I<sub>2</sub>-Stärke-Einschlussverbindung, deren Farbe am Äquivalenzpunkt der Titration verschwindet, da dann kein elementares I<sub>2</sub> mehr zugegen ist.

### **Auswertung**

Das beschriebene Titrationsverfahren ist eine sogenannte Redox Titration (s. Kapitel Redoxreaktionen). Im vorliegenden Fall wird Iod zu Iodid reduziert und gleichzeitig Thiosulfat (S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>) zu Tetrathionat (S<sub>4</sub>O<sub>6</sub><sup>2-</sup>) oxidiert. Auf Redoxreaktionen und die Aufstellung von Redoxgleichungen wird später eingegangen. Hier soll nur die für die Berechnungen notwendige Gesamt-Reaktionsgleichung aufgeführt werden:



Da ein Iodmolekül mit zwei Thiosulfatmolekülen reagiert, gilt am Äquivalenzpunkt folgende Beziehung:

$$n(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 2 \cdot n(\text{I}_2)_{\text{H}_2\text{O}}$$

Also ist

$$n(\text{I}_2)_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{n(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})}{2} = \frac{c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) \cdot V(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})}{2}$$

Wir können also die Iodmenge in der wässrigen Phase  $n(\text{I}_2)_{\text{H}_2\text{O}}$  berechnen, und mit dem Titrationsvolumen auch ihre Konzentration. Der Verteilungskoeffizient  $k_{\text{Iod}}$  lässt sich mit Hilfe folgender Beziehungen bestimmen:

$$k_{\text{Iod}} = \frac{c(\text{I}_2)_{\text{H}_2\text{O}}}{c(\text{I}_2)_{\text{CH}_2\text{Cl}_2}} \quad ; \quad n(\text{I}_2)_{\text{CH}_2\text{Cl}_2} = n(\text{I}_2)_{\text{total}} - n(\text{I}_2)_{\text{H}_2\text{O}} \quad ; \quad c(\text{I}_2)_{\text{CH}_2\text{Cl}_2} = \frac{n(\text{I}_2)_{\text{CH}_2\text{Cl}_2}}{V(\text{I}_2)_{\text{CH}_2\text{Cl}_2}}$$

$$n(\text{I}_2)_{\text{total}} = 0.05 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \cdot 0.01 \text{ L}$$

### ***Entsorgung der eingesetzten Chemikalien***

Lösungsreste, die Dichlormethan enthalten, werden in den Sammelbehälter für halogenierte organische Lösungsmittel entsorgt. Austitrierte Proben enthalten keine giftigen Substanzen mehr und können in den Abguss gegeben werden. Dasselbe gilt für die Stärkelösung und die Reste der Masslösung.

### **Versuch II.3**

#### *Dünnschichtchromatographie von Blattfarbstoffen aus Spinat*

Spinat enthält wie alle grünen Pflanzen Chlorophyll als Blattfarbstoff. Tatsächlich gibt es aber mehrere Chlorophylle. Im Spinat treten Chlorophyll A (blaugrün) und Chlorophyll B (olivgrün) auf. Darüber hinaus enthalten die Blätter auch noch andere Farbstoffe. Die wichtigsten sind die Xanthophylle (xanthos (griech.) = gelb) und Carotine, gelbe und orangefarbene Farbstoffe. Wir wollen die Blattfarbstoffe extrahieren und mittels Dünnschichtchromatographie voneinander trennen.

## **Vorgehen**

### *a. Extraktion von Blattfarbstoffen aus Spinat*

Ungefähr 1 g Spinat wird mit 1 g Quarzsand, 5 mL Aceton und 5 mL Petrolether in einer Porzellanreibschale ca. 10 Minuten lang fein verrieben. Die entstandene grüne Lösung wird dekantiert und mit 5 mL deionisiertem Wasser gewaschen. In einem kleinen Scheidetrichter (kann am Schalter ausgeliehen werden) wird die grüne organische Phase abgetrennt. Sie enthält eine Mischung verschiedener Blattfarbstoffe, die im nächsten Versuchsteil in ihre Bestandteile aufgetrennt werden soll.

### *b. Dünnschichtchromatographie*

Es werden Kieselgelplatten mit Kunststoffolie als Trägermaterial verwendet. Diese lassen sich mit der Schere in (möglichst gleichgrosse) Stücke schneiden. Mit Hilfe von Glaskapillaren (Mikropipetten) werden auf drei Kieselgel-Chromatographieplättchen jeweils mehrere Punkte der Blattfarbstoffmischung aufgebracht. Als Laufmittel werden drei unterschiedlich zusammengesetzte Gemische von Petrolether und Aceton verwendet. Die verschiedenen Laufmittelgemische haben unterschiedliche Trennwirkungen hinsichtlich der Bestandteile des Farbstoffgemischs. Es sollen die folgenden Laufmittelgemische getestet werden:

- 3 Teile Petrolether, 1 Teil Aceton
- 4 Teile Petrolether, 1 Teil Aceton
- 5 Teile Petrolether, 1 Teil Aceton

## **Auswertung**

Wieviele Bestandteile des Blattfarbstoffgemischs können Sie erkennen? Bestimmen Sie für jedes Dünnschichtchromatogramm die  $R_f$ -Werte der erkennbaren Komponenten. Welches Laufmittel würden Sie für eine präparative Trennung von Chlorophyll A und Chlorophyll B verwenden? Warum?

## **Entsorgung der eingesetzten Chemikalien**

Reste der Laufmittelgemische und des Blattfarbstoffextrakts werden in den Sammelbehälter für nicht halogenierte organische Lösungsmittel gegeben. Das Waschwasser der organischen Phase darf in den Abguss entsorgt werden. Die festen Reste (Spinat/Sand/Lösungsmittel-Gemisch) werden in einem grossen Becherglas in einer Kapelle zentral gesammelt. Am Ende des Versuchstages, wenn

die Lösungsmittelreste abgedampft sind, kann der Rückstand in den Abfalleimer gegeben werden.

## **Versuch II.4**

### *Synthese und Reinigung von Aspirin*

#### **Vorgehen**

##### *a. Synthese von Acetylsalicylsäure*

*Essigsäureanhydrid ist ätzend und soll nicht eingeatmet werden, deshalb in der Kapelle arbeiten!*

In einem 100 mL Rundkolben mit Rückflusskühler und Trockenrohr werden 13.8 g (0.10 mol) Salicylsäure vorsichtig mit 11.5 mL (0.12 mol) Essigsäureanhydrid ( $d = 1.08 \text{ g/mL}$ ) versetzt. Zu diesem Gemisch gibt man vorsichtig 3 Tropfen konz. Schwefelsäure. Nun wird auf dem Heizbad unter Rühren mit dem Magnetrührer während 30 Minuten erhitzt (Badtemperatur  $130 - 135 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Dann wird das Reaktionsgemisch langsam und unter kräftigem Rühren mit einem Glasstab in ein 250 mL Becherglas, das 50 mL Wasser enthält, gegossen. Dabei fällt die rohe Acetylsalicylsäure als Feststoff aus. Im Eisbad wird das Gemisch auf  $0 \text{ }^\circ\text{C}$  abgekühlt, anschliessend wird das Rohprodukt auf der Porzellannutsche abfiltriert, dreimal mit 30 mL Wasser gewaschen und durch Luftdurchsaugen getrocknet. Das Rohprodukt wird gewogen.

##### *b. Reinigung des Roh-Aspirins durch Umkristallisieren*

*Aceton ist leicht brennbar! Es muss in der Kapelle gearbeitet werden. Zum Erhitzen wird keinesfalls ein Bunsenbrenner, sondern ein Heizbad oder eine Heizplatte verwendet!*

Das Rohprodukt soll durch Umkristallisation aus Aceton gereinigt werden. Das rohe Aspirin wird in möglichst wenig heissem Aceton (Sdp.  $56 \text{ }^\circ\text{C}$ ) gelöst. Pro Gramm Rohprodukt werden dazu ca. 0.5 mL Aceton benötigt. Die heisse Lösung wird durch einen Faltenfilter filtriert. Beim langsamen Abkühlen (erst auf Zimmertemperatur, danach im Eisbad) kristallisiert die reine Acetylsalicylsäure aus. Der Feststoff wird auf der Nutsche abfiltriert, mit wenig eiskaltem Aceton gewaschen und am Vakuum

getrocknet. Das gereinigte Produkt wird erneut gewogen. Schliesslich soll noch der Schmelzpunkt des Produkts bestimmt werden.

### ***Auswertung***

Formulieren Sie die Reaktionsgleichung der Aspirinsynthese. Bestimmen Sie die Ausbeuten an Rohprodukt und an gereinigter Acetylsalicylsäure. Vergleichen Sie den Schmelzpunkt Ihres Produkts mit dem Literaturwert (135 °C).

### ***Entsorgung der eingesetzten Chemikalien***

Das Produkt ist mit Mengenangabe versehen in einem beschrifteten Pillenglas dem Assistenten abzugeben. Alle eingesetzten Chemikalien sind relativ ungiftig, so dass die Waschwasserphasen in den Abguss gegeben werden können. Das Aceton der Umkristallisation wird im Sammelbehälter für nicht halogenierte organische Lösungsmittel entsorgt.