Umkristallisieren

Problemstellung

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

Methode

Wenn sich die Löslichkeit der Hauptsubstanz und der Verunreinigung genügend stark unterscheiden, kann die Hauptsubstanz durch Umkristallisieren gereinigt werden.

1. Entfernen der schwerlöslichen Verunreinigung.

Zuerst versucht man das Gemisch (Hauptsubstanz + Verunreinigungen) bei hoher Temperatur im Wasser zu lösen. *Schwerlösliche* Verunreinigungen (in unserem Fall das dunkelbraune MnO₂) können dann durch Filtration bei höherer Temperatur (Heissfiltration) abgetrennt werden.

2. Trennen der beiden wasserlöslichen Salze.

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

Durch mehrfaches Wiederholen der Umkristallisation kann die Reinheit der Hauptsubstanz noch gesteigert werden, allerdings geht dabei jedesmal etwas Hauptsubstanz verloren.

Als Hauptsubstanz verwenden wir bei diesem Versuch Kaliumperchlorat $\mathrm{KClO_4}$ (farblos), welches einerseits mit schwerlöslichem Mangandioxid $\mathrm{MnO_2}$ (3%, dunkelbraun) und andererseits mit gutlöslichem Kaliumpermanganat $\mathrm{KMnO_4}$ (0,5%, intensiv violett) verunreinigt ist.

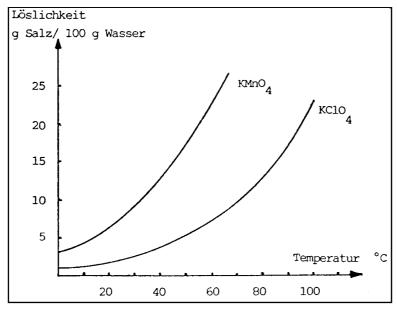


Abb. 1: Löslichkeit von KMNO4 und KClO4 in Abhängigkeit von der Temperatur

Durchführung

Ungefähr 8 g verunreinigtes Kaliumperchlorat werden in einem 100 ml Erlenmeyerkolben mit ml Wasser versetzt. Man erhitzt über dem Bunsenbrenner bis zum Sieden, wartet, bis sich das Kaliumperchlorat vollständig gelöst hat (eventuell nochmals etwas Wasser zugeben), und filtriert die noch heisse Lösung durch einen Faltenfilter in einen anderen Erlenmeyerkolben. Anschliessend stellt man den Kolben in ein Eisbad. Durch die Abkühlung kristallisiert eine grössere Menge des gewünschten Salzes rasch aus. Dieses wird durch Filtration mit einer Nutsche von der violetten Lösung abgetrennt (Abb. 6)

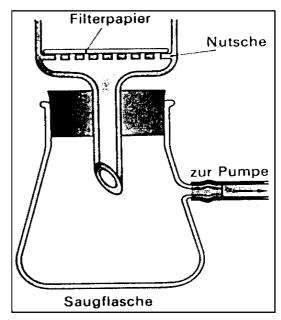


Abb. 2: Filtrieren mit einer Nutsche

Man wiederholt die Umkristallisation (*ohne die anfängliche Heissfiltration*) bis das auskristallisierte Salz völlig farblos wird.

Die zum Lösen benötigte Menge Wasser wird bei jedem Durchgang kleiner.

Nach jeder Umkristallisation gibt man eine kleine Probe des auskristallisierten Salzes auf eine der untenstehenden Felder und überklebt das ganze am Schluss mit einer klaren Selbstklebefolie (Nach Abziehen der Folie ca. 5 Min warten, damit sich die statische Ladung wieder entladen kann).

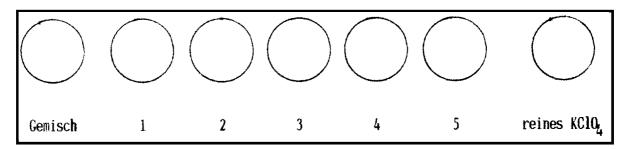


Abb. 3: Die Ergebnisse der Umkristallisation

Materialliste

Allgemein

- Gemisch aus 96,5% KClO $_4$, 3% MnO $_2$ und 0,5% KMnO $_4$ (8 g pro Arbeitsplatz)
- Durchsichtige Selbstklebefolie
- Eis

Pro Arbeitsplatz

- 1 Stativ mit 1 Muffe und Klammer
- 1 Vierfuss mit Ceramplatte
- 1 Kristallisationsschale (Durchmesser ca. 10 cm)
- 1 Nutsche (Durchmesser = 5 cm)
- 1 Saugflasche 250 ml
- 2 Erlenmeyerkolben 100 ml
- 2 angeschnittene Gummischläuche (Fingerschutz)
- 1 Messzylinder 50 ml
- 1 Trichter (Durchmesser 5 cm)