<u>Anleitung zum Trocknen von Lösungsmitteln</u>.

Lösungsmittel dürfen nur nach in der Literatur beschriebenen Methoden getrocknet werden. Eigenversuche sind strikt verboten. Als Literaturquellen seien hier genannt:

1. Die Broschüre der Fa. VWR „Trocknen im Labor und Technikum“.
2. Das Buch „Organikum“. Im Anhang werden Angaben zur Behandlung von Lösungsmitteln und anderen Stoffen gemacht.
3. Das Buch “Purification of Laboratory chemicals” (Büro Praktikumszuständiger).

Es geht bei dieser Anleitung nur um das Trocknen, nicht um die Entfernung von sonstigen Verunreinigungen in den Lösungsmitteln.

1. **Diethylether und Tetrahydrofuran** (auch für **Cyclohexan**, **Toluol, Dioxan** verwendbar).
Die Ether sicherheitshalber über KOH lagern damit vorhandene Peroxide ausgefällt werden. Außerdem trocknet KOH vor. Pulverisiertes KOH ist wirkungsvoller als Pellets und Rühren erhöht die Effektivität. Niemals zu gut wasserlöslichen Ethern (THF, Dioxan) Natrium zugeben, wenn man sich nicht vergewissert hat, dass der Wassergehalt gering ist.
Die Lösungsmittel können durch Einpressen von Natriumdraht (Nachteil. Rühren nicht mehr möglich) oder durch Zugabe von Natriumschnipseln (mit einem Messer kleine, dünne Natriumstücke abschaben und direkt über einen Trichter zum Lösungsmittel geben) getrocknet werden. Als Indikator kann man Benzophenon verwenden. Verfärbt sich das Lösungsmittel blau, ist es trocken und praktisch sauerstofffrei. Die Farbe taucht aber nur auf, wenn unter Schutzgas und Wasserausschluss gearbeitet wird. Tetrahydrofuran ist erfahrungsgemäss schwieriger zu trocknen als Diethylether. Die Lösungsmittel werden destilliert unter Schutzgas und Wasserausschluss. Die Methode funktioniert auch mit Toluol und z. B. Cyclohexan, wenn man die Lösungsmittel kocht. **Dies ist nur erlaubt, wenn ein Sicherheitskühler verwendet wird**.
Alternativ können die Lösungsmittel über geeignetem Molekularsieb getrocknet werden und Ether bzw. THF insbesondere über aktiviertem Aluminiumoxid (danach frei von Peroxiden).

2. **Methanol**.
Methanol wird durch Zugabe von Magnesiumspänen unter Wasserausschluss über Nacht stehen gelassen oder man kocht (dann aber aufpassen, dass die Reaktion nicht zu heftig verläuft) bis das Magnesium aufgelöst ist (Trockenrohr mit effektivem Trockenmittel aufgesetzt und zwar so, dass der

entstehende Wasserstoff entweichen kann). Sollte es zu keiner Wasserstoffentwicklung kommen, enthält das Methanol vermutlich zuviel Wasser (versagt bei einem Wassergehalt >1%). Das Methanol wird unter Wasserausschluss destilliert. Wird sauerstofffreies Methanol benötigt, muss man unter Schutzgas destillieren. Alternativ kann das Methanol durch Stehen über Molekularsieb oder wesentlich effektiver dynamisch über eine Säule mit Molekularsieb (0.3 nm) getrocknet werden. Allerdings sollte der Wassergehalt gering sein, sonst benötigt man viel Molekularsieb. Im Praktikum nicht empfohlen.

3. Ethanol

Muss Ethanol getrocknet werden, ist bei der Fa. VWR vorab unbedingt in Erfahrung zu bringen, wie viel Prozent Wasser das Ethanol der Hochschullieferung enthält. Je nach Wassergehalt wird eine entsprechende Menge an Natrium in kleineren Stücken in das Ethanol eingetragen und mit Palatinol (Phthalsäurediethylester) gekocht (siehe Vorschrift im Organikum), wenn auch letzte Wasserreste entfernt werden sollen, und destilliert.

Alternativ kann Ethanol (mit möglichst geringem Wassergehalt) über eine Säule mit Molekularsieb (0.3 nm) getrocknet werden. (Problem wie bei Methanol)

Ethanol mit geringem Wassergehalt kann auch mit Magnesium getrocknet werden.

Bei Ethanol ist des weiteren wichtig mit welchen Zusätzen vergält wurde. Petrolether ist am wenigsten problematisch.

4. Pyridin und Toluol

Pyridin wird über KOH (Pulver) aufbewahrt (besser längere Zeit rühren) und destilliert. Dabei ca. 10 % Vorlauf verwerfen. Die destillative Aufarbeitung funktioniert besser, wenn durch Zugabe von Toluol (ca. 50 mL/1 Liter) das Wasser azeotrop abdestilliert wird.

Toluol kann für bescheidenere Ansprüche durch Destillation aufgearbeitet werden (10% Vorlauf verwerfen). Ansonsten siehe unter Diethylether und THF. Auch durch Rühren bei RT mit P_2O_5 kann Toluol getrocknet werden (destillieren ohne Filtration)

5. Dichlormethan

Dichlormethan wird durch Rühren mit Phosphorpentoxid getrocknet.

6. Acetonitril

Acetonitril enthält je nach Herstellung verschiedene Verunreinigungen. Wasser wird im Praktikum

entweder durch azeotrope Destillation mit einem Zusatz an 10% Dichlormethan oder durch Rühren mit etwa 2 Gewichtsprozent P_2O_5 (zu viel P_2O_5 und zu lange Einwirkung vermeiden, weil Acetonitril sonst zunehmend polymerisiert unter oranger Verfärbung) und anschließende Destillation entfernt.

7. Dimethylsulfoxid

Dimethylsulfoxid wird mit Calciumhydrid gerührt. Die anschließende Destillation muss im Vakuum erfolgen, weil sich DMSO in der Siedehitze zersetzt. Vorsicht beim Entsorgen des Calciumhydrids. Siehe Betriebsanweisung.

Wichtiges zum Trocknen mit Natrium:

Bevor man in ein Lösungsmittel Natrium zugibt, sollte man sich davon überzeugen, dass das Lösungsmittel nicht zuviel Wasser enthält. Dies gilt insbesondere für THF und Dioxan. Man kann chemische Tests machen oder man gibt einen sehr kleinen Natriumschnipsel in das Lösungsmittel (am besten kleine Probe nehmen) und beobachtet die Reaktion. Die speziellen Betriebsanweisungen sind zu beachten.

Wird Natrium mit dem Lösungsmittel gekocht, muss ein Sicherheitskühler verwendet werden mit einer Metallwendel.

Warnung: Niemals Natrium für halogenierte Verbindungen einsetzen. Es besteht Explosionsgefahr. Höchste Vorsicht beim Entsorgen des Natriums. Betriebsanweisung beachten.

Wichtiges zum Trocknen mit Kaliumhydroxid:

Es dürfen keine Lösungsmittel mit Laugen getrocknet werden, die mit den Laugen reagieren. Dies gilt z. B. für Chloroform, Aldehyde und Ketone.

Zum Trocknen mit Molekularsieben.

Das Molekularsieb muss dem Lösungsmittel angepasst sein (siehe z. B. Broschüre der Fa. Merck). Es gibt die Molekularsiebe mit verschiedenen Porengrößen. Die Lösungsmittel sollten möglichst wenig Restwasser enthalten. Sonst ist die Wirkung nicht optimal und außerdem die Kapazität der Molekularsiebe schnell erschöpft. Am besten ist die dynamische Trocknung über eine mit Molekularsieb gefüllten Säule. Als Indikator für erschöpfte Kapazität kann eine Zwischenschicht mit Orangegel, Blaugel oder Molekularsieb mit Indikator eingebracht werden. Beim Regenerieren von Molekularsieben ist zu beachten, dass peroxidhaltige Lösungsmittel zu einer Anreicherung der Peroxide im Molekularsieb führen kann und organische Lösungsmittel im Molekularsieb eingeschlossen sein können. Das Molekularsieb darf dann nicht zur Regenerierung erhitzt werden. Vor dem Regenerieren muss das Molekularsieb in Wasser gegeben werden, um alle adsorbierten

Stoffe zu entfernen. Das Wasser wird abgegossenen, das Molekularsieb an Luft getrocknet, dann im Wasserstrahlvakuum und schließlich im Hochvakuum in einem speziellen Ofen erhitzt. Beim Trocknen mit Molekularsieben wird oft nicht beachtet, dass Stäube im Lösungsmittel verbleiben. Molekularsiebe können zu unerwünschten Reaktionen führen. Deshalb sollten die Stäube immer entfernt werden.

Peroxide können über eine Vorsäule effektiv mit Aluminiumoxid entfernt werden.