

Synthese von Chloroform

Ausgangsstoffe

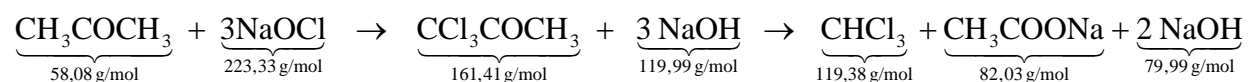
- **DanKlorix Hygienereiniger** (Erhältlich in allen Drogerien und Supermärkten)
Dichte: 1,09 g/cm³.
Zusammensetzung: 2,8% Natriumhypochlorit
~5% Natriumcarbonat
*Reizt die Augen und die Haut.
Bei Berührung mit den Augen sofort gründlich mit Wasser abspülen und Arzt konsultieren.
Bei Verschlucken sofort ärztlichen Rat einholen und Verpackung oder Etikett zeigen.*
- **Blink Hygienereiniger** (Erhältlich bei Drogerie Müller)
Dichte: 1,10 g/cm³.
Zusammensetzung: 3,6% Natriumhypochlorit
Natriumcarbonat
*Reizt die Augen und die Haut.
Bei Berührung mit den Augen sofort gründlich mit Wasser abspülen und Arzt konsultieren. Bei Verschlucken sofort ärztlichen Rat einholen und Verpackung oder Etikett zeigen.*
- **Aceton** ; [67-64-1] ; C₃H₆O ; M=58,08 g/mol
*Leichtentzündlich.
Behälter an einem gut gelüfteten Ort aufbewahren. Von Zündquellen fernhalten – Nicht rauchen.
Dampf nicht einatmen. Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladung treffen.*

Produkte

- **Chloroform** ; [67-66-3] ; CHCl₃ ; M=119,38 g/mol
Farblose, nicht brennbare Flüssigkeit von süßlichem Geruch.
Schmelzpt. -63,5°C; Siedep. 61,7°C; Dichte bei 20°C;: 1,480 g/cm³;
Löslichkeit in Wasser: 0,815% bei 20°C;
Löslichkeit von Wasser in Chloroform: 0,056% bei 20°C.
*Gesundheitsschädlich beim Verschlucken. Reizt die Haut. Irreversibler Schaden möglich.
Gesundheitsschädlich: Gefahr ernster Gesundheitsschäden bei längerer Exposition durch Einatmen und durch Verschlucken. Bei der Arbeit geeignete Schutzhandschuhe und Schutzkleidung tragen.*

Reaktion

Aceton wird durch Hypochlorit zu Trichloraceton chloriert, das nachfolgend in Chloroform und Acetat gespalten wird:



800 g DanKlorix enthalten 22,4 g NaOCl, das nach vorstehender Gleichung 5,8 g (7,3 ml) Aceton chlorieren und maximal 12,0 g (8,1 ml) Chloroform ergeben kann.

800 g Blink Hygienereiniger enthalten 28,8 g NaOCl, das 7,5 g (9,5 ml) Aceton chlorieren und maximal 15,4 g (10,4 ml) Chloroform ergeben kann.

Durchführung

Je 800 g DanKlorix bzw. Blink Hygienereiniger werden in gereinigte 750 ml Alete-Familienflaschen gefüllt und im Kühlschrank von 20 °C auf ca. 6 °C abgekühlt; das dauert etwa 12 Stunden (über Nacht). Dann werden jeweils 30 ml Aceton zugegeben, verschlossen und geschüttelt. Die Reaktionsmischungen werden trübe und erwärmen sich rasch. Nach ca. 5 Minuten scheidet sich bereits Chloroform in einzelnen Tröpfchen am Flaschenboden ab. Nach 4 Stunden ist das entstandene Chloroform weitgehend abgeschieden und bildet eine zusammenhängende zweite Phase am Flaschenboden. Es wird abgesaugt und in einer kleinen Flasche gesammelt.



Originalbehälter. 1,5 Liter Flaschen.
DanKlorix Hygiene-Reiniger: 2,65 EUR
Blink Hygienereiniger: 1,95 EUR



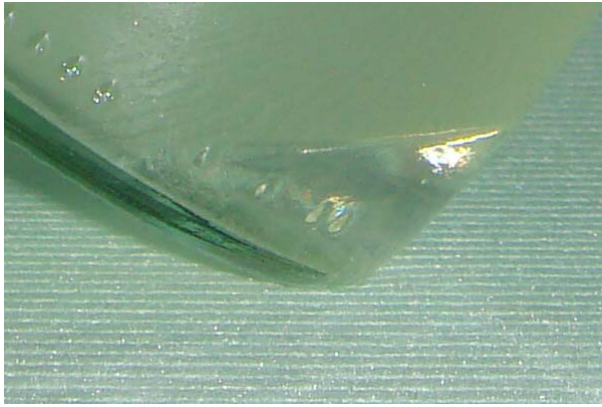
DanKlorix (links) und Blink (rechts).
Je 800 g in „Alete-Familienflaschen“.



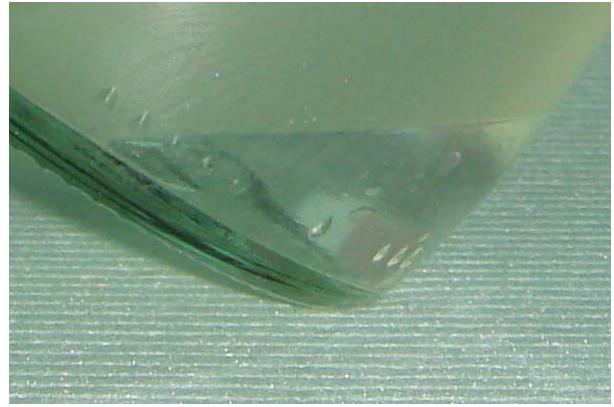
Eine Minute nach Zugabe von je 30 ml
Aceton.



Nach 15 Minuten hat sich bereits Chloroform
am Boden gesammelt und die Lösung ist
grünlicher geworden.



Ausbeute mit DanKlorix
nach 4 Stunden im Kühlschrank:
7,0 ml Chloroform.

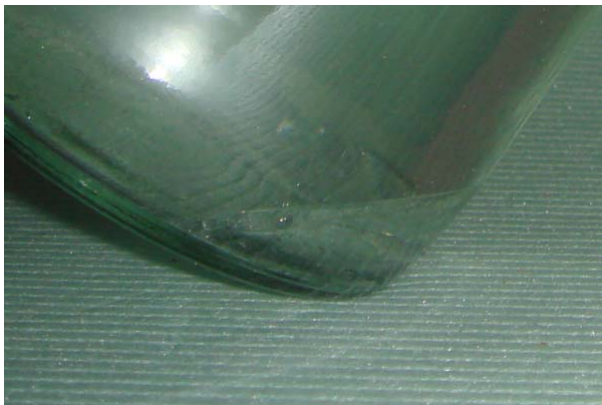


Ausbeute mit Blink Hygienereiniger
nach 4 Stunden im Kühlschrank:
10,3 ml Chloroform.

Versuch 2

800 g DanKlorix oder Blink Hygienereiniger + 10 ml Aceton

In einem zweiten Versuch wird die Menge des zugegebenen Acetons bei sonst gleichen Verhältnissen auf 10 ml verringert. Nach Zugabe des Aceton wird das Gemisch milchig trübe. Innerhalb 15 Min. erwärmt sich das Gemisch mit DanKlorix von 6°C auf 23,1 °C und das Gemisch mit Blink von 6°C auf 27,4°C. Nach 15 Minuten hat sich bereits eine erhebliche Menge Chloroform am Boden abgeschieden. Daraufhin werden die Flaschen mit den Reaktionsmischungen wieder in den Kühlschrank gestellt. Nach 8 Stunden im Kühlschrank haben sich die wässrigen Phasen weitgehend geklärt und das Chloroform wird mittels Spritze und Schlauch abgesaugt.



800 g „DanKlorix“ + 10 ml Aceton
nach 8 Stunden im Kühlschrank.
Ausbeute: 5,3 ml Chloroform.

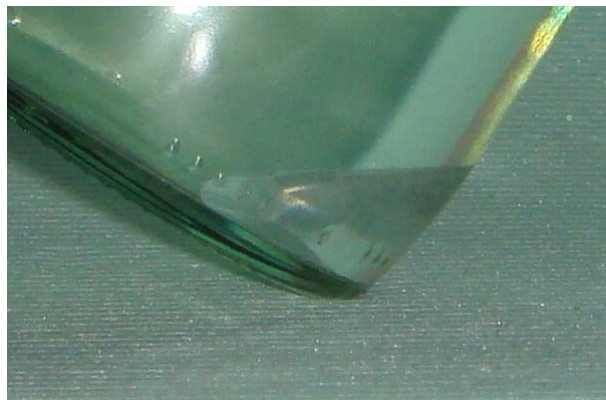


800 g „Blink“ + 10 ml Aceton
nach 8 Stunden im Kühlschrank.
Ausbeute: 8,1 ml Chloroform.

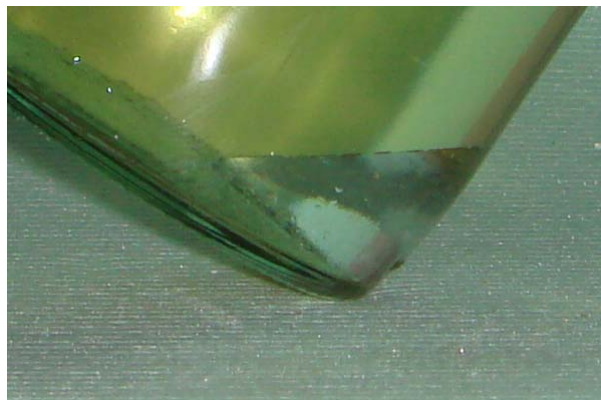
Werden nach Absaugen des Chloroforms zu den wässrigen Lösungen jeweils weitere 10 ml Aceton zugegeben, so entsteht zwar eine Trübung, aber es scheidet sich kein zusätzliches Chloroform ab.

Weitere Versuche

Bei einigen weiteren Versuchen mit Blink Hygienereiniger wird bei sonst gleichen Versuchsbedingungen die Menge des zugesetzten Acetons variiert und nach 8 Stunden das Volumen des abgeschiedenen Chloroforms gemessen.



800 g Blink Hygienereiniger + 20 ml Aceton nach 8 Stunden im Kühlschrank.
Ausbeute: 9,2 ml Chloroform.



800 g Blink Hygienereiniger + 50 ml Aceton nach 8 Stunden im Kühlschrank.
Ausbeute: 11,6 ml Chloroform (Rohprodukt)

Reaktion von 800 g Blink Hygienereiniger mit verschiedenen Mengen Aceton			
Aceton (ml)	Chloroform (ml)	Erwärmung von 6 °C Anfangstemperatur auf	Bemerkung
10	8,1	24 °C nach 3 min, 28,3 °C nach 11 min	Wässrige Phase farblos
20	9,2	29,0 °C nach 6 min	Wässrige Phase farblos
30	10,3	30,0 °C nach 3 min	Wässrige Phase gelblich
40	11,1	29,6 °C nach 2 min	Wässrige Phase leicht gelbgrün
50	11,6	29,6 °C nach 1 min	Wässrige Phase deutlich gelbgrün

Mit 40 ml und mehr Aceton ist die Ausbeute an Chloroform anscheinend höher als die Theorie erlaubt. Dies lässt vermuten, dass bei hohem Aceton-Überschuss noch ein Nebenprodukt entsteht, das in Chloroform löslich ist und zur Volumenvergrößerung beiträgt. Die scheinbar höhere Ausbeute würde demnach in Wirklichkeit eine verminderte Ausbeute bedeuten. Es erscheint daher ungünstig, für 800 g Blink Hygienereiniger mehr als 30 ml Aceton zu verwenden.

Reindarstellung und Lagerung von Chloroform

Das bei allen Versuchen entstandene Chloroform, das in einer Braunglasflasche gesammelt wurde, wird von einer überstehenden wässrigen Phase weitgehend befreit (absaugen mit Spritze). Dann wird Calciumchlorid zugegeben, gut verschlossen und wiederholt geschüttelt und somit das Chloroform getrocknet. Die Menge des zugegebenen Calciumchlorids muss ausreichen, um alles Wasser zu binden, sodass keine zweite flüssige Phase mehr vorhanden ist. Nach 12 Stunden wird das Chloroform abfiltriert (Spritzenfilter) und in einer dunklen Flasche kühl, trocken und vor direktem Sonnenlicht geschützt aufbewahrt.

Eine Phosgenbildung konnte bei diesem Chloroform trotz fehlender Stabilisierung mit Ethanol nicht beobachtet werden, weder in Form von sich entwickelnden Gasbläschen in der Flüssigkeit noch durch den typischen Geruch nach Heu; vielleicht wird dieses Chloroform durch die entstandenen Nebenprodukte stabilisiert.

Anmerkung

Mit 5 Flaschen Blink Hygienereiniger zum Preis von 9,75 EUR erhält man ca. 100 ml Chloroform. Das ist zwar nicht gerade billig, aber wenn man dieses wichtige Lösungsmittel nirgendwo anders herbekommen kann, durchaus akzeptabel.