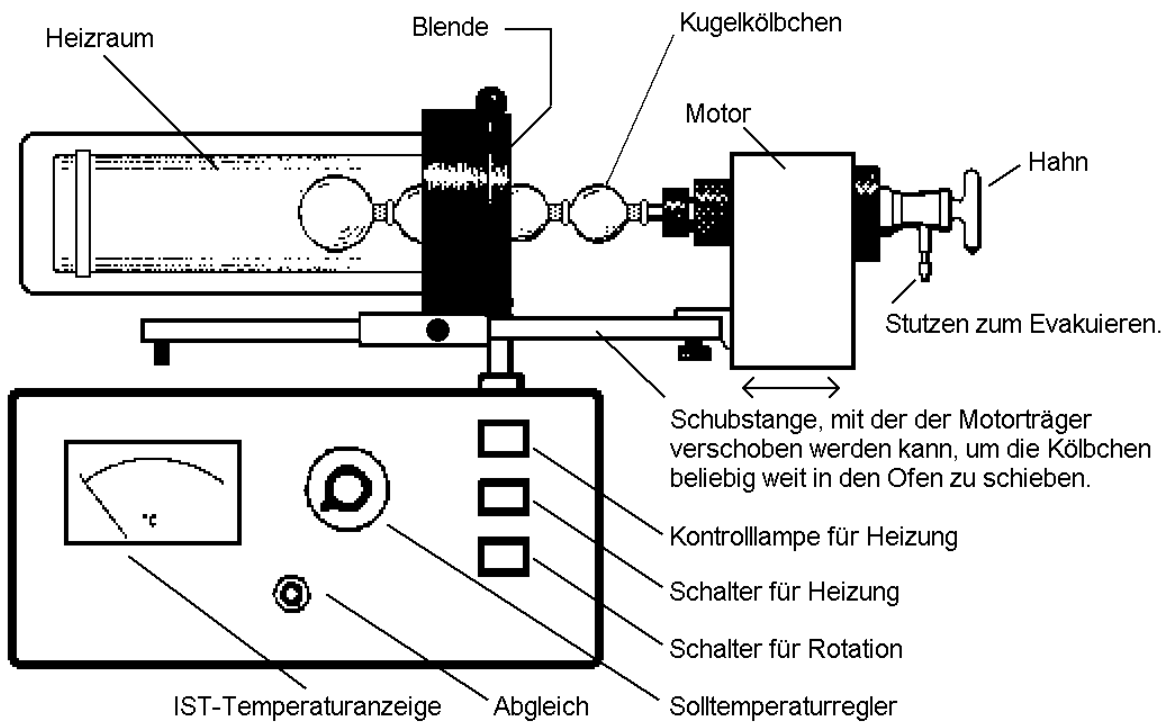


Anleitung für den Kugelrohrföfen



Einsatzzweck:

Kugelrohrföfen sind sehr vielseitig einsetzbar. Im Praktikum werden Sie verwendet

- zur Destillation kleiner Substanzmengen
- zur Destillation oder Sublimation von Feststoffen

Bitte beachten:

Mit der Praktikumsausstattung kann mit dem Kugelrohrföfen **nur im Vakuum** gearbeitet werden!

Funktionsprinzip:

Aus Kölbchen, die bis auf den letzten je zwei gegenüberliegende genau ausgerichtete Schliffe haben, wird ein Kugelrohr zusammengesteckt. In den letzten Kolben wird die zu destillierende Substanz gegeben und das Kugelrohr so auf ein drehbares Rohr montiert, das der Kolben mit der Substanz beheizt werden kann und die Substanz in die nicht beheizten Kölbchen herausdestilliert. Beim Betrieb wird das Rohr gedreht, um ein gleichmäßiges Abdampfen zu gewährleisten. Der Vorgang ähnelt daher sehr dem Vorgehen am Rotationsverdampfer.

Preise:

Ein einziges Kugelrohrkölbchen kostet zwischen 70 und 100 €. Das liegt an der Genauigkeit, mit der die Schliffe axial ausgerichtet sein müssen, damit das zusammengesteckte Kugelrohr beim Drehen ruhig läuft und nicht ausschlägt. Behandeln Sie die Kölbchen also wie rohe Eier! Und die Kölbchen werden bitte auch nicht in die eigenen Ausrüstung mit hineinverschusselt und weil gerade nichts anderes greifbar ist, als Surrogat für

verlorengangene Kölbchen der Grundausstattung verwendet um daraus umzukristallisieren oder ähnliches.

Aufbau:

Die Kölbchen gibt es in sehr unterschiedlichen Größen. Wenn Sie sich bei den Assistenten den Ofen ausleihen, müssen Sie sich dazu Kölbchen in der passenden Größe geben lassen. Beachten Sie, dass die Kölbchen in horizontaler Lage betrieben werden und deshalb so groß sein müssen, dass sie Ihre Substanz **liegend** aufnehmen können. Halten Sie eine Vakuumpumpe bereit. Bauen Sie die Apparatur wie in der Abbildung gezeigt zusammen. Das letzte Kölbchen muss Ihre Substanz enthalten. Sind die Kölbchen im Ofen montiert, sollten Sie unverzüglich mit dem Evakuieren beginnen.

Fehler beim Aufbau:

Sie haben die Kölbchen zusammengesteckt und auf die Welle im Ofen geschoben. Jetzt legen Sie aber nicht sofort Vakuum an, so dass die Kölbchen „zusammengesaugt“ werden, sondern sie fummeln jetzt noch am Ofen herum. Dabei rutschen die Kölbchen aus den Schliffen, fallen herunter und sind kaputt. Außerdem liegt Ihre Substanz auf der Arbeitsfläche oder ist im Ofen verteilt.

Betrieb:

- Evakuieren Sie den Ofen.
- Schieben Sie das Kugelrohr gerade so weit in den Ofen hinein, dass sich der Kolben mit Ihrer Substanz im Heizraum befindet. Schließen Sie zur Wärmeisolierung die Blende so weit als möglich. Beim Drehen der Kölbchen sollte nichts schleifen. Richten sie den Motorträger gfls. entsprechend aus!
- Schalten Sie Heizung und Motor zum Drehen ein. Das Drehen des Rohres macht weitere Siedehilfen (Siedesteine etc.) überflüssig. Die Heizleistung wird in der Nähe der Solltemperatur automatisch getaktet, wobei die „Aus-“ - Zeiten immer länger werden. Auf diese Weise „schleicht“ sich das Gerät an den eingestellten Sollwert an, ohne dass es zum Überheizen kommt.
- Wählen Sie eine Temperatur, bei der die Substanz gerade eben siedet (oder sublimiert) und destillieren Sie die Substanz über.

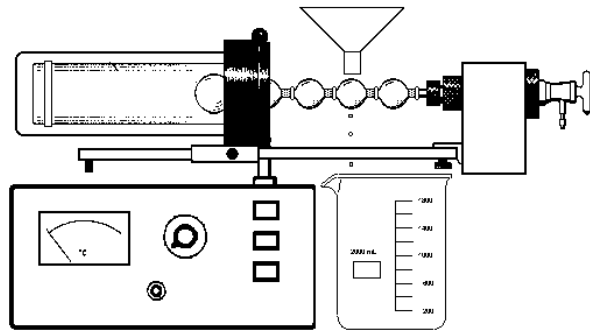
Fehler beim Betrieb:

- Sie lassen die Kölbchen rotieren, ohne zuvor zu evakuieren. Dabei rutschen die Kölbchen aus den Schliffen, fallen herunter und sind kaputt. Außerdem liegt Ihre Substanz auf der Arbeitsfläche oder ist im Ofen verteilt.
- Sie haben zwar die Pumpe angeschlossen, aber nicht aufgepasst, wie der Hahn stehen muss, damit der Ofen abgepumpt wird. Statt Vakuum entwickelt sich Überdruck im Ofen, der die Kölbchen auseinander treibt. Die Folgen wurden bereits geschildert.
- Sie haben es nicht für notwendig gehalten, sich vorher über das Siedeverhalten Ihres Stoffes zu erkundigen und haben eher nach Gutdünken eine Arbeitstemperatur vorgegeben. Das Produkt destilliert deshalb leider etwas zu schnell ab und kondensiert deshalb nicht mehr in einem der außerhalb des Heizraums befindlichen Kölbchen, sondern erst in der Pumpe und ist also futsch.
- Sie haben die Substanz vorher nicht ausreichend von niedrig siedendem Lösemittel befreit. Durch das Evakuieren siedet dieses jetzt schlagartig auf und Ihre Substanz sprudelt bis in die Pumpe und ist anschließend großflächig überall gleichmäßig verteilt.

Tips zum Betrieb:

Gibt es mehr als eine Fraktion, so können Sie versuchen, diese in jeweils einem eigenen Kölbchen aufzufangen. Treiben Sie zum Beispiel einen aufgefangenen Vorlauf ein oder mehrere Kölbchen weiter, indem Sie das Kugelrohr tiefer in den Ofen hineinschieben. Ziehen Sie das Rohr danach wieder zurück und destillieren Sie dann bei entsprechend höherer Arbeitstemperatur das Hauptprodukt. Man kann auch das gleiche Produkt mehrmals hintereinander destillieren, indem man nach der Kondensation im ersten Kölbchen dieses in den Ofen schiebt und in das zweite Kölbchen destilliert und so fort.

Je niedriger die Siedetemperatur ist, umso größer ist die Gefahr, dass die Substanz nicht mehr im Rohr kondensiert, sondern erst in der Pumpe. Vorteilhaft wird deshalb für eines der Kölbchen außerhalb des Ofens eine Kühlung installiert, indem ein Pulvertrichter dicht über dem sich drehenden Kölbchen montiert und mit Eis befüllt wird. Fangen Sie das Schmelzwasser in einer Schale oder einem Becherglas auf, wie dies in nebenstehenden Abbildung zu sehen ist.



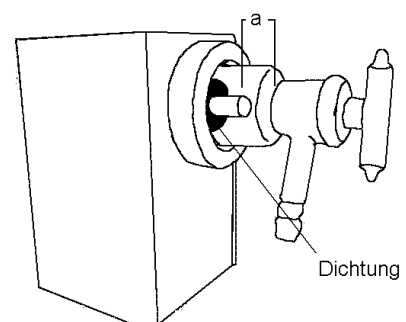
Probleme beim Destillieren:

- **Das Vakuum ist unzureichend:**

Klemmen Sie den zur Pumpe führenden Schlauch mit der Hand durch Umknicken ab. Wird das Vakuum besser? Dann liegt der Fehler am Ofen - sonst an der Pumpe.

- Nicht stramm auf Oliven sitzende Schläuche werden weder mit Tesa- oder PARAFILM®, noch mit Draht oder sonstigen Hilfen dicht, sondern nur, indem man für den Anschlussstutzen einen Schlauch passender Größe wählt.

- Das Dampfdurchführungsrohr ist nicht fest genug fixiert und wird durch das Vakuum gegen den Stopfen des Hahns gesaugt. Der Stopfen wird dadurch herausgedrückt weshalb die Apparatur nicht weiter evakuiert werden kann. Achten Sie darauf, dass das Rohr einerseits weit genug durch die Dichtung hindurchgeschoben ist, andererseits noch einen ausreichenden Abstand „a“ zum Hahn hat. (Siehe Abbildung) Zum Lösen des Rohres müssen Sie die Muffen auf der anderen Seite des Motorblocks lösen. Achten Sie darauf, das Getriebe nicht zu beschädigen. Wenn Sie nicht sicher sind, was Sie tun, fragen Sie lieber einen Assistenten. Und bevor Sie überhaupt irgendetwas anderes anfassen, stellen Sie als erstes die Kölbchen sicher! Sonst droht schon wieder das bereits beschriebene Unheil.



- Die Dichtung ist verschlissen und muss - bitte vom Assistenten - ausgetauscht werden. Da Kugelrohröfen weitaus weniger beansprucht werden als Rotationsverdampfer, ist der Dichtungsverschleiß hier allerdings nur selten Grund des Übels.

- Die Schliffe der Kugelkölbchen sollten gefettet sein - aber das richtige Fettes ist hier wegen der sehr kleinen Schliffflächen eine hohe Kunst. Ein Milligramm zu viel und Ihr Produkt ist eine Schlifföllösung. Ist es hingegen zu wenig, hilft es nicht.
- **Sie hören einen Knall und bluten plötzlich:**
Sie haben nicht daran gedacht, dass auch der Kugelrohröfen wie alle evakuierten Geräte mit einem Implosionsschutz betrieben werden muss. Diese Aufgabe übernimmt beim Kugelrohröfen in der Regel der vollständig abgesenkte Frontschieber des Abzugs.
- **Die Siedetemperatur stimmt nicht mit der erwarteten Temperatur überein:**
Das ist leider ein prinzipieller Nachteil des Kugelrohröfens. Gemessen wird nämlich die Temperatur am Heizmantel und nicht die Temperatur direkt im Kolben, die wegen der Kühlung durch den abdestillierenden Stoff immer niedriger ist als der am Messinstrument abgelesene Wert. Je höher die Arbeitstemperatur ist, umso größer wird diese Abweichung. Rechnen Sie mit bis zu 30 °C Fehler, wenn Sie bei hoher Temperatur arbeiten. Da Sie diesen Fehler nun kennen, können Sie sich beim Arbeiten mit dem Gerät entsprechend darauf einstellen. Das ist also kein Grund, das vorherige Nachschlagen der Literaturwerte des Siedeverhaltens zu „vergessen“.
- **Das Gerät schafft die eingestellte Temperatur nicht:**
Versuchen Sie durch Verstellen des Abgleichknopfs zu erreichen, dass Soll- und Ist-Temperatur übereinstimmen. Bleibt es bei größeren nicht korrigierbaren Abweichungen, muss das Gerät repariert werden.
- **Das Vakuum schwankt dauernd:**
 - Sie wollen bei höheren Drücken arbeiten und haben zur Druckregelung einen Pumpstand mit Controller eingesetzt. Das Problem ist, dass die im Praktikum verwendeten Controller den Druck systembedingt nur getaktet messen. Da Sie nur ein sehr kleines Volumen evakuieren, kann es sein, dass die Pumpe zwischen zwei Messtakten viel zu viel evakuiert, bevor sie „merkt“, dass das zu viel des Guten war. Der Controller regelt dann ab und wartet, bis der Druck durch Systemundichtigkeiten wieder bis auf den Sollwert angestiegen ist. Dann beginnt das Spiel von neuem. Geben Sie der Pumpe einfach „mehr zu tun“, indem Sie zusätzlich z.B. einen großen leeren Kolben mit evakuieren. Da die Pumpe viel länger braucht, um nun auch diesen Kolben leer zu saugen, werden die Druckregelschwankungen sofort viel geringer.
 - Es gibt irgendwo eine undichte Stelle in den Schlauchverbindungen, die bei Bewegung des Schlauchs manchmal mehr zugeedrückt und manchmal mehr aufgerissen wird. Lokalisieren Sie durch Abklemmen an verschiedenen Stellen wie beschrieben.
- **Informieren Sie sich über den Umgang mit der verwendeten Pumpe!**
Vergessen Sie bei einer Ölpumpe insbesondere nicht die Kühlfalle!

Was tun, wenn alles fertig ist

Sie ziehen bitte als erstes die Kölbchen aus dem Ofen, lassen kurz abkühlen und belüften dann ganz langsam. Dann nehmen Sie sofort die Kölbchen ab und stellen Sie sicher - z.B. in einer Plastikschaale. Wie Sie dann vorgehen wollen, bleibt Ihnen überlassen. Hauptsache, Ofen und Kölbchen stehen schnellstmöglichst sauber für den nächsten Versuch zur Verfügung. Es sollte Sie nicht überfordern, die Kölbchen wieder picobello sauber zu kriegen und vielleicht auch das Innere des Ofens nötigenfalls mit etwas angefeuchteten Zellstoff und einer langen Pinzette vorsichtig zu reinigen. Sind hingegen Welle und Hahn verdreckt, machen Sie beim Assistenten den besten Eindruck, wenn Sie nicht auf eigene Faust, sondern nur nach dessen Rücksprache tätig werden. **Die Kölbchen finden bitte nicht ihren Weg in die Schubladen Ihrer Grundausstattung sondern gleich den Weg zurück zum Assistenten!**