

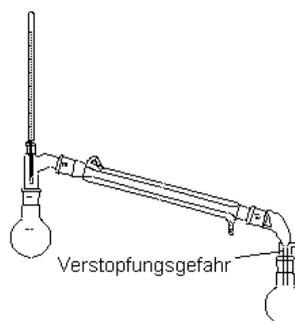
Feststoffdestillation und Sublimation

Definitionen

Feststoffdestillation:	Sublimation:
Destillation eines Stoffes, der bei Raumtemperatur fest ist. Er muss nicht notwendigerweise aus dem festen Aggregatzustand direkt in den gasförmigen Zustand übergehen, also sublimieren. Vielmehr schmilzt der Stoff beim Erwärmen in der Regel erst auf.	Destillation eines Feststoffes, der aus dem festen Zustand direkt in den gasförmigen Zustand übergeht, also sublimiert.
Stoffe, die bei Raumtemperatur fest sind, haben im allgemeinen so hohe Siede- bzw. Sublimationstemperaturen, dass die Feststoffdestillation oder Sublimation im Vakuum durchgeführt werden muss.	

Problem:

Übliche Apparaturen zur Destillation von Flüssigkeiten sind ungeeignet, weil das fest werdende Destillat die Apparatur - insbesondere zum Beispiel das Auslaufrohr des Vorstoßes verstopft.



Lösungen

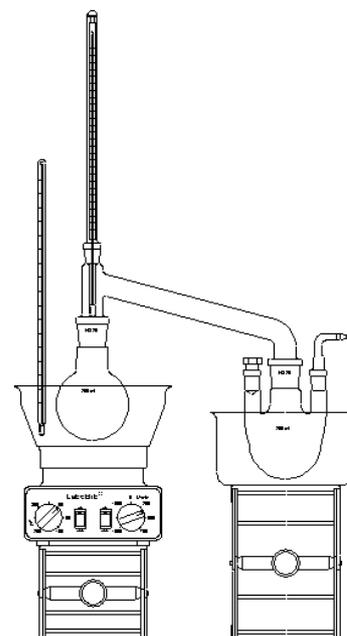
Verwenden Sie einen **Kugelrohrföfen**.

Der **Kugelrohrföfen** eignet sich für kleine bis mittlere Mengen von einigen Gramm. Im Praktikum sind dazu Kölbchen verschiedener Größe erhältlich.

Für größere Mengen kann man eine Destillierbrücke verwenden. Destillierbrücken kann man bei den Assistenten ausleihen. Als Vorlage wird ein eisbadgekühlter Dreihalskolben verwendet, an den eine Gasableitung zum Evakuieren angeschlossen wird.

Die Destillierbrücke arbeitet als Luftkühler. Wenn sich die Substanz bereits in der Destillierbrücke niederschlägt, kann man diese durch vorsichtiges Anblasen mit einem Heißluftgebläse in den Dreihalskolben treiben.

Zum Fixieren der Apparatur werden nur die beiden Kolben eingespannt. Verwenden Sie **keine Schliffverbindungsklemmen** an den geklammerten Schliffen. An den anderen Schliffverbindungen schaden Schliffverbindungsklammern nicht, sind aber auch nicht notwendig, weil sich die Apparaturteile bei Betrieb im Vakuum nicht mehr voneinander trennen lassen. Denken sie an die **richtige Fixierung des Badthermometers**.



Spezielle Sublimationsapparaturen

Für Sublimationen gibt es spezielle Apparaturen, die in der Regel nach dem Prinzip funktionieren, dass ein wassergekühlter Kühlfinger in einen Rundkolben hineinragt, der die zu sublimierende Substanz enthält. Beim Erhitzen scheidet sich die Substanz am Kühlfinger ab. Auch ein „Selbstbau“ aus einem Kolben mit einem aufgesetzten Liebig-Kühler ist möglich. Der Kolben muss dabei so tief in das Heizbad eintauchen, dass sich der Stoff erst im Kühler abscheidet.

Mit beiden Varianten können nur kleine Mengen sublimiert werden.

Nachteilig ist der senkrechte Aufbau: Hat man hinterher beim Zerlegen der Apparatur keine absolut ruhige Hand, fällt das gereinigte Produkt leicht zurück in den Kolben mit dem Rohmaterial. Das Arbeiten mit dem **Kugelrohr** ist diesen Apparaturen daher überlegen.

