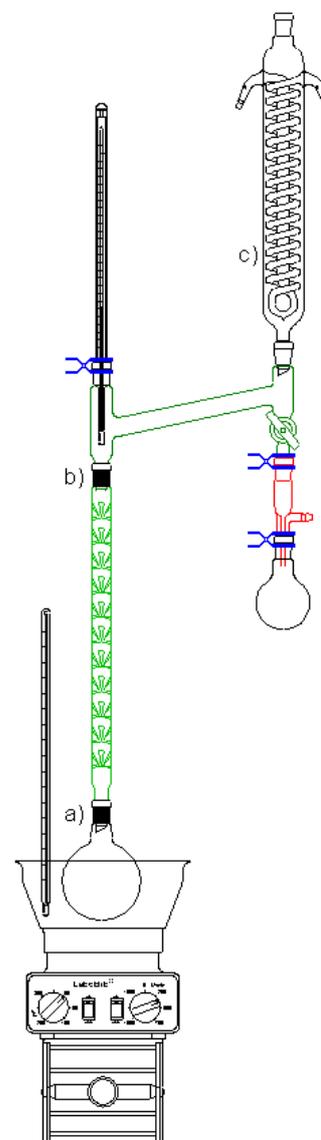


Rektifikation (fraktionierende Destillation)

Unter Rektifikation versteht man eine wiederholte Destillation eines Stoffes mit dem Ziel einer besonders guten Auftrennung der enthaltenen Komponenten. Informieren Sie sich in Lehrbüchern der physikalischen Chemie über die Grundlagen, warum ein wiederholtes Verdampfen und Kondensieren zu einer verbesserten Trennleistung einer Destillationsapparatur führt.

Die Kondensations- und Verdampfungsvorgänge finden in der **Kolonne** statt. In Ihrer Grundausstattung des Praktikums befindet sich eine **Vigreux-Kolonne**. Das Praktikum verfügt zusätzlich über Füllkörperkolonnen. Eine Diskussion der Kolonnentypen finden Sie weiter unten.

Die Trennleistung einer **Kolonne** ist am besten, wenn gar kein Destillat entnommen wird. Davon haben Sie freilich nichts und so gilt es, einen passenden Kompromiss zu finden zwischen noch ausreichender Trennleistung und akzeptabler Destilliergeschwindigkeit. Dabei hilft der **Kolonnenkopf**, mit dem sich ein bestimmtes Rücklaufverhältnis einstellen lässt, worunter man das Verhältnis zwischen entnommenem und wieder zurück in den Destillationskolben geleitetem Kondensat versteht. Falls man überheizt hat, kann man damit auch die Situation retten, indem man auf Totalrücklauf schaltet, bis die Destillationsgeschwindigkeit wieder ausreichend langsam ist. Im Praktikum werden besonders einfache (und deshalb auch besonders preiswerte) **Kolonnenköpfe nach Prahl** verwendet. (Siehe dazu die nebenstehende Abbildung.) Nachteil dieses Kolonnenkopftyps ist, dass er z.B. nicht für das Arbeiten im Vakuum geeignet ist. Weitere Kolonnenköpfe finden Sie weiter unten.



Apparaturaufbau:

An den schwarz markierten Schlifften wird die Apparatur geklammert, und zwar bei a) tragend und bei b) unterstützend. Zusätzlich wird der Kühler etwa bei c) unterstützend fixiert. Das Thermometer wird mit einer Schliffverbindungsclammer gesichert. **Vorstöß** und Vorlagekolben kann man - bei den üblicherweise kleinen Größen - mit robusten Schliffverbindungsklemmen (Gabelklemmen) hängend anschließen, um Verspannungsgefahren auszuschließen. Größere Kolben müssen mit Stativklemmen gehalten werden.

In einfacheren Fällen wird der Kolonnenkopf weggelassen. Die Apparatur entspricht dann der **einfachen Destillationsapparatur**, bei der zwischen Destillierkolben und Destillationsaufsatz die Kolonne eingebaut wird. Nachteil: Der oben am Kolonnenkopf ankommende Dampf wird zwangsweise abdestilliert.

Was Sie falsch machen können:

a) Allgemeingültige Hinweise

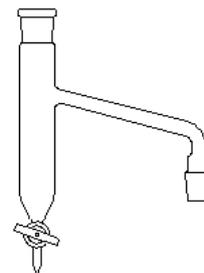
- Je weniger Wärme die Kolonne abstrahlt umso besser klappt die Destillation. Umwickeln Sie mehrlagig mit Aluminiumfolie! Sie können auch Aluminiumfolie mit Zellstoff kombinieren, wobei Sie zur Reflektion der Wärmestrahlung innen immer zuerst mit Alufolie beginnen müssen. Isolieren Sie auch den Kolonnenkopf/Destillationsaufsatz und falls erforderlich, nämlich wenn Sie starken Rücklauf beobachten, auch den Kolbenhals des Destillierkolbens. Lesen Sie die **Hinweise** zu den Fehlerquellen bei Benutzung einer Kolonne und beachten Sie die auch die **Hinweise für die einfache Destillation** sinngemäß.
- Wenn es sich - wie im Praktikum üblich - um ein Trennproblem bekannter Verbindungen handelt, sollten Sie **vor Beginn der Destillation** bestens mit den zu erwartenden Destillationstemperaturen vertraut sein. Das ermöglicht Ihnen eine qualifizierte Beurteilung, wann ein Fraktionswechsel sinnvoll ist.
- Bei **intakten Thermometern** und Berücksichtigung aller tagesaktuellen Abweichungen durch gerade vorherrschende meteorologische Hoch- oder Tiefdruckgebiete sollten die erhaltenen Siedetemperaturen um nicht mehr als 2 °C vom Literaturwert abweichen. Erhalten sie im Siedeverlaufsdiagramm (was Sie zu diesem Zweck also am besten in Ihr Laborjournal kritzeln) bei den zu erwartenden Siedetemperaturen kein Plateau, sondern driftet die Temperatur vielmehr gleichmäßig nach oben, so destillieren Sie zu schnell! Dann hilft es nur, alles noch einmal zurückzuschütten und von vorn zu beginnen.

b) Bei Destillationen ohne Kolonnenkopf

- Wenn Sie überheizt haben und die Destillationsgeschwindigkeit zu groß ist, senken Sie rasch das Heizbad ab, um die Wärmezufuhr zu unterbrechen.

c) Bei Destillationen mit dem Kolonnenkopf nach Prahl

- Wenn Sie den **geraden Vorstoß** nicht einbauen, kann kein Destillat in den Vorlagekolben einlaufen, weil die enthaltene Luft nicht entweichen kann. Notnagel: Sie können den Kolben auch direkt an den Kolonnenkopf anschließen, wenn Sie die Schriffverbindung durch einen eingelegten Papierstreifen künstlich undicht machen.
- Der Kolonnenkopf nach Prahl wird gern mal eben mit einem Wasserabscheider verwechselt. Es gibt Wasserabscheider, die dem Kolonnenkopf wenig ähnlich sind und solche, die ziemlich ähnlich aussehen. Nebenstehend sehen Sie so ein ziemlich ähnliches Modell. Machen Sie sich selbst klar, warum der Wasserabscheider nicht als Kolonnenkopf taugt und greifen Sie also beim Ausleihen eines Kolonnenkopfes nicht versehentlich in die falsche Kiste!



Hinweise zum Protokoll

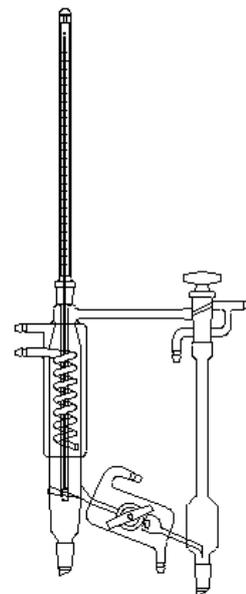
Statt „Rektifikation“ schreibt man im Bericht gern, dass ein Flüssigkeitsgemisch „fraktionierend destilliert“ wurde. Schlecht ist es, wenn Sie schreiben, dass Sie eine „fraktionierte Destillation“ durchgeführt haben, denn diese Destillation erleidet nichts, sondern bewirkt ganz im Gegenteil etwas. Damit der Leser eine Vorstellung von der Trennleistung bekommt, werden Kolonnentyp und Länge angegeben. Man schreibt also z.B.: „Das Gemisch wurde über eine 30-cm-Vigreux-Kolonne (fraktionierend) destilliert.“¹

¹ In diesem Fall kann man das „fraktionierend“ auch ganz weglassen.

Andere Kolonnenköpfe

Destillationsanlagen gibt es mannigfaltige und gerade bei den Kolonnenköpfen demonstrieren Glasbläser Ihre gesamte Kunst in der Herstellung bewundernswert komplexer Geräte. Nebenstehend abgebildeter Kolonnenkopf zählt immer noch zu den eher einfachen Geräten, wobei aber auch hier die Anschaffungskosten bereits einige Hundert Euro betragen. Immerhin hat der Ablasshahn einen temperierbaren Mantel, was zum Beispiel für **Feststoffdestillationen** interessant ist. Über den Hahn rechts oben kann das System auch evakuiert werden.

Wer will, es braucht und das nötige Kleingeld hat, kann sich z.B. auch einen Kolonnenkopf kaufen, der aus azeotropen Gemischen die leichtere oder die schwerere Phase extrahiert und als Destillat abzweigt.



Wann nimmt man welche Kolonne?

Eine Vigreux-Kolonne haben Sie in Ihrer Grundausstattung. Sie können beim Betrachten des Gerätes unschwer feststellen, dass es sich im Prinzip um ein Rohr handelt, dessen Oberfläche durch dornenförmiges Hineindrücken der Glaswand nach innen vergrößert worden ist. Der Sinn solcher Operationen ist immer, die Grenzfläche des herabtropfenden Kondensats mit dem aufsteigenden Dampf so groß wie möglich zu machen und eine intensive Wechselwirkung beider Phasen zu ermöglichen. Die Wirkung einer Kolonne wird durch die Anzahl theoretischer Böden angegeben. Hat eine Kolonne z.B. eine theoretische Bodenzahl von „2“, so haben die am Kopf der Kolonne ankommenden Moleküle auf dem Weg nach oben im Schnitt 2 Verdampfungs- und Kondensationsvorgänge durchlitten. Da jeder dieser Verdampfungs- und Kondensationsvorgänge gemäß den Gesetzmäßigkeiten, die Sie in der Vorlesung zur Physikalischen Chemie lernen, mit einer Anreicherung der leichter flüchtigen Komponente im Dampf verbunden ist, steigt die Trennleistung mit Zunahme der theoretischen Böden. Wie eingangs schon beschrieben, sinkt andererseits beim praktischen Betrieb die Trennleistung mit zunehmender Destillationsgeschwindigkeit. Rechnen sie bei langsamem Destillieren mit einer Vigreux-Kolonne mit einem theoretischem Boden pro 5 bis 10 cm Kolonnenlänge². Das ist eine relativ schwache Trennleistung.

Füllkörperkolonnen sind in dieser Hinsicht besser - und zwar umso mehr, je kleiner und oberflächenreicher die Füllkörper sind. Verbreitet sind Raschigringe, bei denen es sich im Prinzip um ein in sehr kleine Scheiben zerschnittenes Glasrohr handelt. Das klingt so als wären Raschigringe sehr preiswert, was sie aber leider ganz und gar nicht sind. Gebrauchte Raschigringe werden also niemals weggeschmissen! Statt der Ringe gibt es auch andere Formen, z.B. kleine Spiralen, die außer aus Glas auch aus Metall bestehen können.

Jede Kolonne muss zunächst einmal auf der gesamten Innenfläche mit Substanz benetzt werden bevor am Kopf der Kolonne Dampf austritt und als Destillat isoliert werden kann. Es gilt dabei den besten Kompromiss zwischen diesem sog. Betriebsinhalt und der gewünschten Trennleistung zu finden. Es macht also z.B. überhaupt keinen Sinn, 50 ml Substanz in eine

² Diese Länge nennt man auch „Trennstufenhöhe“

50-cm-Füllkörpersäule hineinzudestillieren, weil ein Großteil dieser Menge zur Füllung der Kolonne benötigt wird und nicht überdestilliert werden kann. Ein weiteres Problem ist ein möglicher Druckverlust. Machen Sie sich klar, dass der Druck in zwei verbundenen Gefäßen nur dann gleich ist, wenn die Verbindung einen Durchmesser hat, der groß im Vergleich zur mittleren freien Weglänge der Moleküle im Gaszustand ist. Da die mittlere freie Weglänge mit abnehmendem Druck steigt, sind mit zunehmendem Vakuum immer weitere Gefäßverbindungen notwendig. Hier stößt man mit einer Füllkörperkolonne schnell an Grenzen: Es mag Ihnen paradox erscheinen, aber mit so einer Kolonne können Sie am Vorstoß der Destillationsapparatur eine noch so gute Pumpe anschließen und dort ein Feinstvakuum erzeugen - sie werden im Siedekolben nicht die gewünschte Erniedrigung des Siedepunktes beobachten, weil der Druck im Kolben bedingt durch den Druckverlust der Kolonne beträchtlich höher ist und bleibt. Hier glänzt die Vigreuxkolonne mit ihrem weit bleibenden Rohrdurchmesser, die deshalb vor allem auch für Vakuumdestillationen gut geeignet ist.

Bei der Widmer-Kolonne wird durch Umlenken des Dampfes eine sehr kompakte Bauform erreicht. Außerdem wird der Bereich, in dem sich die für die Trennleistung wichtige Spirale befindet, durch den von außen anströmenden Dampf gut vorgewärmt, weshalb die Isolationsprobleme, die man bei den „linearen“ Kolonnen hat, weniger bedeutsam sind. Widmer-Kolonnen haben allerdings dennoch keine besonders gute Trennleistung. Immerhin sind sie auffallend belastbar, d.h. die Trennleistung sinkt auch bei höherer Destillationsgeschwindigkeit nicht so stark ab, wie z.B. bei einer Vigreux-Kolonne. Widmerkolonnen stehen im Praktikum ebenfalls zur Verfügung.

Wichtiger Benutzungshinweis:

Halten Sie die Widmerkolonne stets senkrecht, sonst fallen die Einzelteile heraus!

