

# Betriebsanweisung Destillationsapparatur zur Absolutierung von Diethylether

## Arbeitsprinzip:

Der Ether wird über Lithiumaluminiumhydrid getrocknet. Er verbleibt ständig über dem Trockenmittel. Die benötigte Menge wird in den Tropftrichter hochdestilliert und über den Ablasshahn entnommen. Die Arbeitstemperatur der Apparatur wird durch ein Kontaktthermometer geregelt. Ein zweites Kontaktthermometer sorgt dafür, dass die Apparatur bei Ausfall dieser Temperaturregelung stillgelegt wird.

## Warnhinweise:

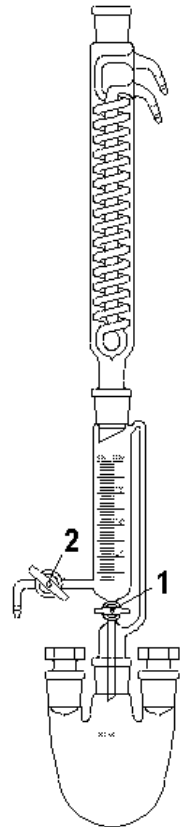
- Das Gefahrenpotential des Diethylethers sollte Ihnen bereits hinreichend bekannt sein!
- Lithiumaluminiumhydrid ist leicht entzündlich. Mit Wasser reagiert es unter heftiger Wasserstoffentwicklung. Es ist ein starkes Reduktionsmittel, welches mit vielen Stoffen heftig, z.T. auch unter spontaner Entzündung reagiert. Ab 120 °C kommt es zu einer gefährlichen Zersetzung. Bei bestimmungsgemäßem Betrieb der Apparatur werden keine gefährlichen Temperaturen erreicht.

## Anweisungen zum Befüllen:

- **Handelsüblicher Diethylether darf nicht ohne Vorbehandlung in die Apparatur eingefüllt werden!** Falls kein käuflicher vorbehandelter Ether zur Verfügung steht, muss dazu zuerst über basischem Aluminiumoxid filtriert werden (Siehe besondere Anleitung). Fehlbefüllungen sind durch Schnelltest zu vermeiden. Dazu kann z.B. der Brechungsindex bestimmt werden. Reiner Diethylether hat einen Brechungsindex von **1,3526**. Diethylther kann auch vorgereinigt gekauft und in dieser Form ohne Vorbehandlung in die Apparatur gefüllt werden. Fragen Sie den Assistenten!
- Das Einfüllen von Lithiumaluminiumhydrid darf nur nach Anweisung durch den Assistenten erfolgen. Hinweise zum Öffnen von Vorratsgefäßen mit Lithiumaluminiumhydrid gibt es in verschiedenen Versuchsskripten (z.B. Versuch 4-5).

## Inbetriebnahme

- **Die Inbetriebnahme ist nur in Absprache mit den Assistenten gestattet.**
- Die eingeschaltete Apparatur muss ständig erreichbar bleiben. Der Raum darf z.B. während des Betriebes nicht abgeschlossen werden.
- Stellen Sie fest, ob die von Ihnen benötigte Menge im Vorratskolben ausreicht! **Der Vorratskolben darf während der Entnahme des Ethers nicht trockenlaufen!** Ist zu wenig Ether vorhanden, so muss zunächst Ether nachgefüllt und für 2 Stunden unter Rückfluss zum Sieden erhitzt werden.
- Vergewissern Sie sich, dass der Hahn (**2**) geschlossen ist!
- Schalten Sie das Kühlwasser sowie Heizung und Rührwerk des Magnetrührers ein. (Denken Sie auch an den Hauptschalter des Sicherheitsrelais!)
- Beim Anheizen, beim Abdestillieren und beim Vernichten des Trockenmittels ist ständige Kontrolle notwendig!
- Vergewissern Sie sich, dass beide Kontaktthermometer korrekt funktionieren! Lesen Sie dazu an den beiden Kontaktthermometern zunächst die eingestellten Werte ab! Drehen Sie dann an beiden Thermometern den Sollwert auf Raumtemperatur herunter und überprüfen Sie, ob beide Thermometerrichtig schalten. Nach der Auslösung des Sicherheitsthermometers muss der RESET-Knopf am Relais betätigt werden, um den Stromfluss wieder zu reaktivieren. Ist die Funktion einwandfrei, so drehen Sie auf die ursprünglich eingestellten Werte zurück. Die Arbeitstemperatur sollte bei etwa 40 - 50 °C liegen und das Sicherheitsthermometer etwa 10 Grad höher eingestellt sein.



- Öffnen Sie den Hahn (1) am Tropftrichter, so dass der hochdestillierende Ether zunächst in den Kolben zurückläuft. Verwenden Sie auf diese Weise das erste Destillat zur Spülung der Apparatur! Warten Sie den Siedebeginn ab und regeln Sie die Heizleistung des Magnetrührers und Arbeitstemperatur an den Kontaktthermometern passend nach. Achten Sie darauf, dass das Sicherheitsthermometer bei allen Veränderungen der Einstellung ebenfalls so nachgestellt werden muss, dass die Auslösetemperatur stets 10 °C höher eingestellt ist als beim regelnden Kontaktthermometer! Achten Sie auch auf das Kühlwasser, welches wegen der aufquellenden Hahndichtung meist etwas nachreguliert werden muss. Auch die konstant unter Rückfluss siedende Mischung muss unter Aufsicht gehalten werden.
- Schalten Sie die Heizung ab und verständigen Sie den Assistenten, wenn das Lösemittel wegen mangelnder Kühlung durch den Kühler hindurchbricht und in der in der Apparaturskizze nicht eingezeichneten Gasableitung (Waschflasche mit „Orange-Gel“) kondensiert.

### **Abdestillieren von absolutiertem Ether**

- Schließen Sie den Hahn (1) am Tropftrichter, so dass der Ether in den Tropftrichter hineindestilliert. Beachten Sie, dass der Ablasshahn (2) sich nicht an der Nullmarke des Tropftrichters befindet! Sie müssen also etwas mehr Ether hochdestillieren als Sie benötigen.
- Der abdestillierte Ether wird durch den Ablasshahn (2) entnommen. Halten Sie den Kontakt des Ethers mit der Laborluft so gering wie nur irgend möglich, damit er nicht gleich wieder Luftfeuchtigkeit aufnimmt. Lassen Sie den nicht benötigten Ether aus dem Tropftrichter durch Öffnen des Hahns (1) in den Vorratskolben zurücklaufen.

### **Entsorgen des Trockenmittels**

Das Trockenmittel reicht normalerweise für die Lösemittelmengen aus, die Verlauf des Praktikums benötigt werden. Erneuern Sie das Trockenmittel nur nach Anleitung und Rücksprache mit Ihrem Assistenten! Die wichtigste Sicherheitsmaßnahme ist, die Vernichtung langsam durchzuführen und nichts „übers Knie zu brechen“.

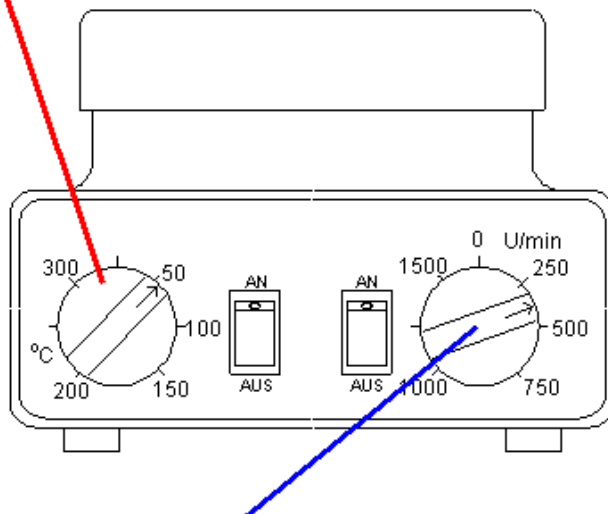
- Destillieren Sie zunächst so viel Lösungsmittel ab, wie vertretbar ist. Zur Vernichtung des Lithiumaluminiumhydrids kommen prinzipiell Ethanol oder Ethylacetat in Frage. Die Reaktion mit Ethylacetat ist i.a. sehr milde und daher die Methode der Wahl. Mit Ethanol gibt es eine kräftige Wasserstoffentwicklung. Vorteil dabei ist, dass besser zu sehen ist, „dass etwas passiert“.
- Setzen Sie einen Tropftrichter auf einen freien Hals des Dreihalskolbens und geben Sie durch diesen Tropftrichter unter intensivem Rühren langsam etwas Ethylacetat. **Achten Sie auf alle Anzeichen von Reaktionen, z.B. Wärmetönung.**
- Geben Sie - verteilt über mehrere Stunden (!!)- so viel Ethylacetat hinzu, bis Sie meinen, dass alles umgesetzt ist. (Meistens ist aktives Lithiumaluminiumhydrid grau, das desaktivierte Produkt hingegen farblos. Leider ist dies kein 100 %ig zuverlässiges Kriterium!)
- Fahren Sie - zu Beginn mit der gleichen Vorsicht - fort, indem Sie jetzt unter Rühren mit Ethanol versetzen. Achten Sie auf Gasentwicklung, die anzeigt, dass sich immer noch aktives Lithiumaluminiumhydrid in der Lösung befindet. Geben Sie so lange - mit Pausen (!) - Ethanol hinzu, bis keine Wasserstoffentwicklung mehr festzustellen ist! Lassen Sie die Mischung mindestens über Nacht stehen!
- Kontrollieren Sie den Kolbeninhalt, ob es irgendwo Stellen gibt, die vielleicht noch unzersetztes Lithiumaluminiumhydrid enthalten! Verdächtig sind die Teile der Kolbenwand, die aus der Mischung herausragen und ferner alle festen Brocken, die „Nester“ bilden können, in die das Lösungsmittel nicht einzudringen vermag. Beseitigen Sie alle gefundenen „Problemzonen“!
- Geben Sie nun unter fortwährendem Rühren Wasser in die Mischung. Achten Sie auch hier wieder - vor allem zu Beginn - sorgfältig auf Wasserstoffentwicklung! Die Desaktivierung ist abgeschlossen, wenn bei 30 bis 50 %igem Wassergehalt keine Reaktion mehr stattfindet. Zur Sicherheit wird für eine weitere Nacht stehengelassen.
- Die erhaltene Mischung wird filtriert. Das Filtrat kann zu den organischen Lösungsmittelabfällen gegeben werden. Der Filtrerrückstand wird in einem gesonderten ausstehenden Gefäß entsorgt.

## Einstellungsübersicht Etherdestille:

**Kontaktthermometer ~ 50 °C**

**Sicherheits-Kontaktthermometer ~ 60 °C**

**Heizplattentemperatur ~ 100 °C**



Je schneller der Rührer läuft, um so gleichmäßiger ist das Sieden.  
Trotzdem muss der Rührer so langsam laufen,  
dass er auf gar keinen Fall ins Taumeln gerät!  
Der taumelnde Rührer kann den Kolben zerschlagen!!  
Leichte Malgeräusche sind aufgrund des enthaltenen  
Feststoffs normal.

Je tiefer der Kolben eintaucht, umso kräftiger kann  
der Rührkern angetrieben werden.

**VORSICHT:** Das Silicon dehnt sich bei Erwärmen  
stark aus! Wird der Kolben schon in der Kälte sehr  
tief eingetaucht, läuft das Bad beim Anheizen über!!