

Betriebsanweisung Destillationsapparatur zur Absolutierung von Toluol

Arbeitsprinzip:

Das Toluol wird über Natrium getrocknet. Das Natrium ist bei Siedetemperatur des Toluols flüssig und kann so dauerhaft seine Wirkung behalten, weil es sich nicht mit einer Oxidkruste überziehen kann. Das Toluol 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:

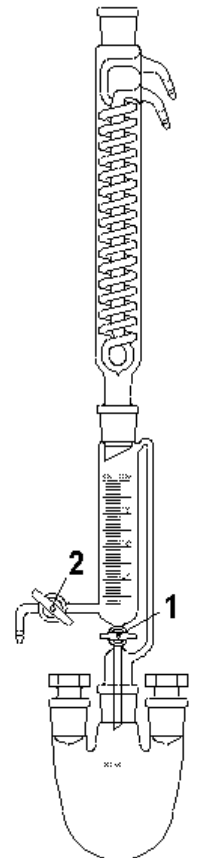
- Das Gefahrenpotential von Natrium und Toluol sollte Ihnen bereits hinreichend bekannt sein!

Anweisungen zum Befüllen:

- Es darf nur Toluol eingefüllt werden. Fehlbefüllungen sind durch Schnelltest zu vermeiden. Dazu kann z.B. der Brechungsindex bestimmt werden. Reines Toluol hat einen Brechungsindex von **1,4961**.
- Das Natrium verbraucht sich kaum. So lange metallisch blankes Natrium sichtbar ist, muss kein weiteres Natrium nachgefüllt werden. Ist die Reaktionsmischung so trübe, dass man das Natrium nicht mehr erkennen kann oder enthält sie große Mengen Schlamm, so ist die Mischung nach den unten stehenden Anweisungen zu entsorgen und eine Neubefüllung vorzunehmen.
- **Verwenden Sie keine Kunststoffstopfen! Diese Lösen sich bei Betrieb der Apparatur auf!**

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 Toluols nicht trockenlaufen!** Ist zu wenig Toluol vorhanden, so muss zunächst Toluol nachgefüllt und 2 Stunden 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 Thermometer richtig 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 140 °C liegen und das Sicherheitsthermometer etwa 10 °C höher eingestellt sein.
- Öffnen Sie den Hahn (1) am Tropftrichter, so dass das hochdestillierende Toluol 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 Toluol

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

Entsorgen des Trockenmittels

Das Natrium 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“.

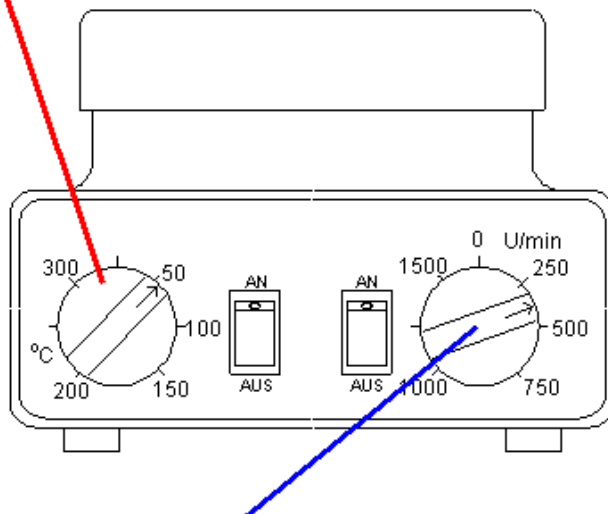
- Destillieren Sie zunächst so viel Lösungsmittel ab, wie vertretbar ist. Das Natrium muss vollständig bedeckt bleiben.
- Setzen Sie einen Tropftrichter auf einen freien Hals des Dreihalskolbens und geben Sie durch diesen Tropftrichter unter intensivem Rühren langsam etwas Ethanol. **Achten Sie auf alle Anzeichen von Reaktionen, z.B. Wärmetönung.**
- Geben Sie - verteilt über mehrere Stunden (!!)- so viel Ethanol hinzu, bis die Gasentwicklung aufgehört hat. Lassen Sie die Mischung mindestens über Nacht stehen!
- Kontrollieren Sie den Kolbeninhalt, ob es irgendwo Stellen gibt, die vielleicht noch unzersetztes Natrium 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 vorteilhaft zur Desaktivierung verschiedener Reagentien (Alkylierungsmittel, Benzylbromid) verwendet werden und sollte daher in eine entsprechend beschriftete Flasche gegeben und nicht als Lösemittelabfall entsorgt werden. Der Filterrückstand kann erst nach vollständigem Eintauchen in Wasser als ungefährlich gelten und wird je nach Beschaffenheit entsorgt. (Rücksprache mit dem Assistenten.)

Einstellungsübersicht Toluoldestille:

Kontaktthermometer ~ 150 °C

Sicherheits-Kontaktthermometer ~ 160 °C

Heizplattentemperatur Maximum



**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!!**

**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!!**