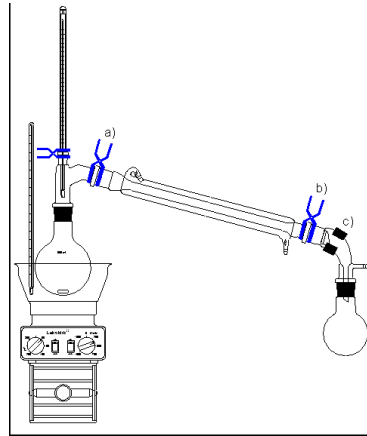


Einfache Destillationsapparatur

Die einfache Destillationsapparatur ist nebenstehend abgebildet. Die schwarz gefärbten Schlifflöcher werden mit Stativklammern tragend fixiert. Zur Vermeidung von Bruchgefahr wird das Thermometer besser mit einer Schliffverbindungsklemme gesichert und nicht mit einer Stativklammer eingespannt.

Die Schliffverbindungsklemme „a“ ist sehr wichtig, denn die Apparatur neigt dazu, leicht an dieser Stelle aufzugehen, was einen Dampfaustritt zur Folge hätte. Zweckmäßig setzt man auch bei „b“ eine Schliffverbindungsklemme. Wird bei „c“ mit einer Stativklammer locker gehalten, kann man den Vorlagenkolben leicht wechseln, ohne, dass die Apparatur dabei herunter fällt.



Was Sie falsch machen können:

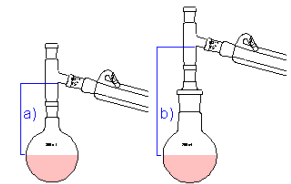
- Die Apparatur muss so aufgebaut werden, dass das Heizbad vollständig vom Kolben getrennt werden kann. Der Kolben sollte andererseits nicht höher eingespannt werden als notwendig, weil dies die Standsicherheit des Heizbades beeinträchtigt.
- Wird die Stativklammer zur Unterstützung des absteigenden Teils der Destillationsapparatur nicht bei „c“ sondern in der Mitte des Kühlers gesetzt, so hebeln Sie um diesen Drehpunkt nur allzu leicht den absteigenden Teil der Apparatur aus den schwarz markierten Schlifflöchern.
- Das Schliffthermometer muss die richtige Eintauchtiefe haben. Die Eintauchtiefe ist die Länge des Thermometers unterhalb des Schlifflöcher, also bis zur quecksilberhaltigen Spitze. Die Eintauchtiefe muss 55 mm betragen. Es gibt Schliffthermometer mit kürzeren Eintauchtiefen. Diese werden im Destillationsaufsatz nicht richtig vom Lösemitteldampf umspült und zeigen daher falsche Siedetemperaturen an. Gewöhnen Sie sich an, das Thermometer regelmäßig zu überprüfen. Es sollte bei Raumtemperatur auch Raumtemperatur anzeigen. Laborthermometer sollten nicht mehr als 2 °C **Ablesefehler** haben.
- Achten Sie auf das **richtige Einspannen** des Badthermometers.
- Das Kühlwasser muss unten in den Kühler einströmen und ihn oben wieder verlassen. Bei umgekehrter Strömungsrichtung gelingt es nicht, die Luft komplett aus dem Kühler zu verdrängen. Der Kühler „gluckert“ und die Kühlleistung ist vermindert.
- Siedeverzüge können in der Regel durch kräftiges Rühren vermieden werden. Beginnen Sie trotzdem immer mit langsamster Geschwindigkeit und regeln Sie vorsichtig hoch. Der Rührstab darf nicht ins Taumeln geraten! Je dichter sich der Kolben über der Heizplatte des Magnetrührers befindet, umso kraftschlüssiger ist der Antrieb. Tiefes Eintauchen des Kolbens minimiert überdies Wärmeverluste und damit ungewolltes Kondensieren des Dampfes bereits im Siedekolben anstatt erst im Kühler. Siedeverzüge können alternativ auch durch Siedesteinchen verhindert werden, die aber bei einer Unterbrechung des Siedevorgangs wirkungslos werden, weshalb darauf geachtet werden muss, vor jedem erneuten Sieden wieder ein (!) neues Siedesteinchen hinzuzufügen.

- Nahe beieinander siedende Komponenten können mit dieser Apparatur nicht vollständig voneinander getrennt werden. Durch den Versuch 1-2 sollen Sie ein Gefühl dafür bekommen, welche Trennleistung die einfache Destillationsapparatur hat. Wenn es ein solches Trennproblem gibt, ist es wichtig, **ganz langsam** zu destillieren. (ca. 1 Tropfen pro Sekunde)

Was tun, wenn etwas abdestillieren soll und es passiert aber nichts?

- Sie sollten vorher wissen, welchen Siedepunkt Ihre Substanz hat und nicht einfach drauf los kochen. Die Badtemperatur muss i.a. mindestens 20 °C höher liegen als die Siedetemperatur der zu destillierenden Substanz. Heizen Sie mit voller Heizleistung an und regeln Sie dann langsam zurück, wenn die Badtemperatur sich dem Siedepunkt der Substanz nähert. Dazu muss das Badthermometer im Bad fixiert sein und ständig messen. Hat der Heizregler des Magnetrührers eine Temperaturskala, so ist damit - so ganz ungefähr - die Temperatur der Heizplatte gemeint. Das darüber befindliche Bad erreicht keineswegs die gleiche Temperatur und der Kolbeninhalt erst recht nicht. Wenn Sie also z.B. Wasser kochen sollen und Sie machen nichts weiter, als den Magnetrührer auf 100 °C einzustellen, dann haben Sie ziemlich schlechte Karten. Haben Sie versehentlich das Bad zu stark aufgeheizt, senken Sie es einfach ab. Sie können die Wärmezufuhr in den Kolben auf diese Weise verzögerungsfrei reduzieren oder unterbrechen.
- Stellen Sie sicher, dass die Rührgeschwindigkeit so schnell wie möglich ist. Die Mischung kann sonst überhitzen und schlecht bzw. nur stoßweise siedet.
- Wenn Sie trotz voller Leistung des Magnetrührers nur eine mangelhafte Erwärmung des Bades erreichen, kann das folgende Ursachen haben:
 - Das Gefäß Ihres Bades hat einen gewölbten Boden oder der Boden wölbt sich in der Hitze. Das Gefäß liegt daher nur noch mit einer minimalen Kontaktfläche auf der Heizplatte des Magnetrührers auf und der Wärmeübergang ist entsprechend mickrig. Kontrollieren Sie, ob das Gefäß auf dem Magnetrührer kipzelt. Kippelnde Badgefäße sind nicht reparabel und müssen ausgetauscht werden.
 - Die Temperatureinstellung des Magnetrührers funktioniert nicht richtig. Ein guter Magnetrührer schafft es, das Bad auf 250 °C zu erhitzen. Macht er schon bei 150 °C schlapp, so sollte er repariert werden. In der Regel machen nur die alten Magnetrührer zu früh schlapp.

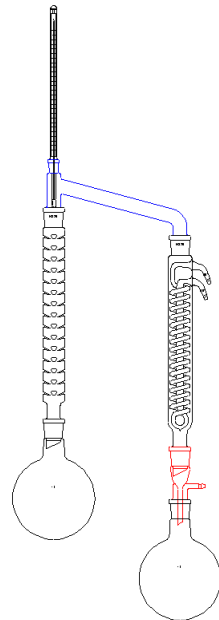
- Gibt es im Kolben Siedeerscheinungen und erhalten Sie trotzdem kein Destillat? Vermeiden Sie hohe Steighöhen des Dampfes. In den nebenstehenden Abbildungen ist der „Weg nach oben“ z.B. bei der linken Apparatur ein gutes Stück kürzer („a“) als bei der rechten Apparatur („b“), in der ein Kolben mit großem Schliff durch Verwendung eines Übergangsstücks an eine kleine Destillationsapparatur angeschlossen wurde. Fühlen Sie mit der Hand, wie weit der Dampf kommt. Sie erkennen das leicht an der Temperatur des Glases: Dort wo es heiß ist, ist innen Dampf. Können Sie einen Rücklauf detektieren, sehen Sie also Flüssigkeit im senkrechten Teil wieder herablaufen? Isolieren Sie zur Verminderung der Wärmeabstrahlung und damit der Kondensatbildung den gesamten aufsteigenden Teil der Apparatur mit Alufolie. Decken Sie notfalls auch das Heizbad mit Alufolie ab.



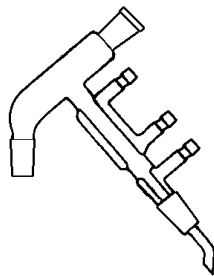
- Haben Sie den Literaturwert für den Siedepunkt Ihrer Flüssigkeit richtig ermittelt? Oder stand da vielleicht eine Angabe wie 127¹⁵ - und Sie haben sich vielleicht nicht so sehr dafür interessiert, was die hoch gestellte „15“ bedeutet? Schauen sie lieber noch einmal nach! U.U. bedeutet das, dass im gegebenen Beispiel der Siedepunkt im Vakuum, nämlich bei 15 mbar 127 °C beträgt. Sie müssten dann also eine Vakuumdestillation durchführen und braten jetzt im Augenblick gerade Ihre Substanz kaputt!
- Wenn Sie sich nach 4 Stunden beim Assistenten beschwerten, dass da reinweg gar nichts überdestilliert, hätten Sie das Ihrem Assistenten schon vor 3 ½ Stunden berichten müssen, denn die restliche Zeit haben Sie die Substanz nur nutzlos thermisch gequält und möglicherweise ebenfalls schon „totgebraten“.

Andere Destillationsapparaturen

Destillationsapparaturen gibt es in mannigfaltigen Variationen. Nebenstehend sehen Sie eine Apparatur, in der eine Destillierbrücke (blau) den Lösemitteldampf in einen senkrecht absteigenden Dimrothkühler leitet. Dadurch wird eine besonders kompakte Bauform erreicht, die wenig kostbare Laborarbeitsfläche erfordert. Solche Apparaturen eignen sich vor allem als stationäre Lösemittelrückgewinnungsanlagen. Beachten Sie, dass der Druckausgleich hier über einen **geraden Vorstoß** (rot) erfolgen muss. Die eingebaute Vigreux-Kolonnen soll die Trennleistung verbessern sowie einen tieferen Aufbau des beheizten Kolbens ermöglichen.



Genau umgekehrt für sehr kleine zu destillierende Menge kann man eine Kurzwegdestillationsapparatur verwenden. Durch die geknickte Bauform wird ein kürzerer Kondensatweg erreicht und damit die Substanzverluste gering gehalten. Kleine Flüssigkeitsmengen kann man vorteilhaft auch im **Kugelrohr** destillieren - im Praktikum jedoch nur, wenn die Destillation im Vakuum erfolgen kann.



Schäumt oder spritzt eine zu destillierende Substanz stark, so kann man einen Tropfenfänger (Laborjargon: „Kotzbremse“) dazwischen setzen. Wenn keine Probleme mit dem Reaktionsinhalt zu befürchten sind, kann man auch dem Gemisch selbst einen auf Siliconbasis bestehenden „Entschäumer“ zusetzen.

