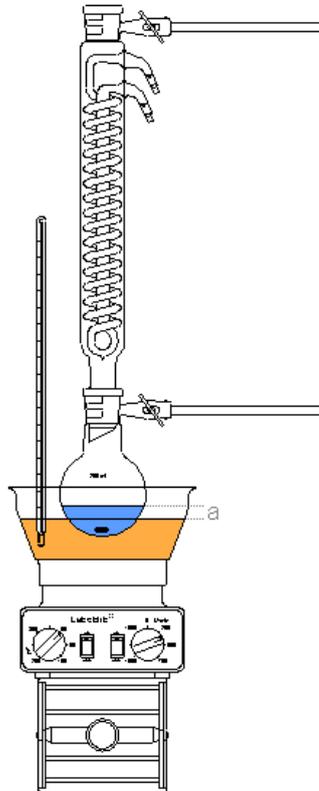


Rückflusskochen

Beispiele:

- Erhitzen, ohne dass zugetropft werden muss
- **Umkristallisieren**



Was Sie alles falsch machen können:

1. Die untere Klemme trägt die Apparatur. Dazu muss der Kolben mit dem gekröpften Schliffrand in der Klemme sitzen. Es darf **keine Schlißverbindungsklammer** verwendet werden! Die obere Klemme bleibt locker und sichert nur gegen seitliches Wegkippen.
2. 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.
3. Das Thermometer muss **richtig eingespannt** werden.
4. Verwenden Sie keine rissigen oder spröden Schläuche und machen Sie keine abenteuerlichen Versuche, **definitiv nicht passende** Kühlwasserschläuche mit Klebefilm, Draht, Quetschen, PARAFILM® oder anderen Erfindungen dicht auf die Anschlussstutzen zu bekommen.
5. Bei konzentrierten Lösungen von Feststoffen - insbesondere also beim **Umkristallisieren** ist darauf zu achten, dass die Flüssigkeit im Kolben über den Flüssigkeitsstand des Heizbades hinausragt. Siehe dazu das Maß „a“ in der Abbildung. Dies gewährleistet, dass die nicht von der Flüssigkeit bedeckten Bereiche der Kolbenwand kühl bleiben und sich dort also keine Substanzkrusten abscheiden können.
6. Kräftiges Rühren verhindert Siedestöße. Je dichter sich der Kolben über der Heizplatte des Magnetrührers befindet, umso kraftschlüssiger ist der Antrieb. Gerät man dabei in Konflikt mit dem Hinweis 5, so muss man nach einem passenden Kompromiss suchen. Eventuell ist das Heizbad zu voll gefüllt. Der Magnetrührkern darf keineswegs taumeln. Der Rührer ist stets mit der Rührgeschwindigkeit „null“ anzuschalten und die Rührgeschwindigkeit dann allmählich zu steigern.

7. Sie sollten vor Beginn die Siedetemperatur des Lösemittels kennen und nicht einfach drauf los kochen. Die Badtemperatur muss i.a. mindestens 20 °C höher liegen als die Siedetemperatur des Lösemittels. Heizen Sie mit voller Heizleistung an und regeln Sie dann langsam zurück, wenn die Badtemperatur sich dem Siedepunkt des Lösemittels 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.

Ob man das Kühlwasser zuerst die Wendeln herunterlaufen und dann das senkrechte Rohr wieder aufsteigen lassen soll oder umgekehrt ist nur dann egal, wenn auch das senkrechte Rohr im Durchmesser so eng ist, dass es sich luftblasenfrei füllen lässt. Manche Dimrothkühler haben aber ein dickeres senkrechtes Rohr. In diesem Fall haben Sie es schwer, die Luft aus dem senkrechten Rohr vollständig zu verdrängen, wenn Sie das Kühlwasser zuerst das senkrechte Rohr herunterströmen lassen. Es ist dann besser, es umgekehrt erst die Wendeln herab zu leiten und durch das senkrechte Rohr wieder aufsteigen zu lassen. Wenn Sie es sich angewöhnen, das Kühlwasser grundsätzlich zuerst die Wendeln herunter zu schicken, können sie nichts falsch machen.

Beim **Umkristallisieren** legt man den Feststoff mit etwas Lösemittel und dem Magnetrührkern vor und gibt in der Siedehitze - soweit erforderlich - durch den Kühler langsam weiteres Lösemittel hinzu.