

Vakuumdestillation

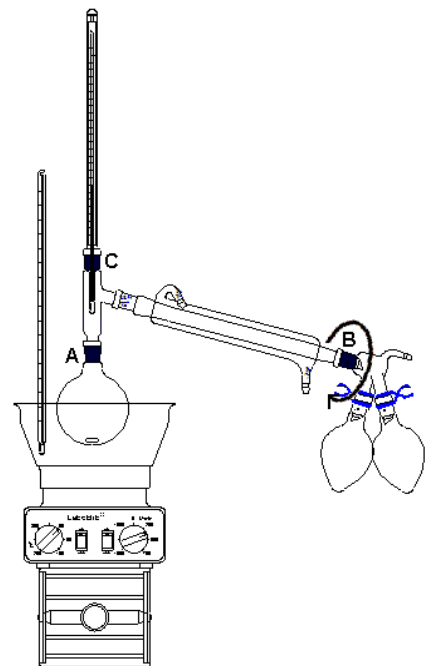
Apparatur

Zu einer bei Normaldruck durchgeführten Destillation gibt es folgenden Unterschied:

- Da die Apparatur erst evakuiert werden muss und dann erst angeheizt werden kann, wäre jeder Fraktionswechsel mit einem enormen Aufwand verbunden, denn es müsste jedes Mal das Heizbad entfernt und belüftet werden und nach Anflanschen eines neuen Kolbens das erfolgreiche Evakuieren abgewartet und wieder vorsichtig angeheizt werden. Praktisch ist eine Vakuumdestillation deshalb nur, wenn Vorrichtungen verwendet werden, mit denen man einen Fraktionswechsel durchführen kann, ohne das Evakuieren unterbrechen zu müssen. Nachfolgend sind einige dieser Vorrichtungen beschrieben.

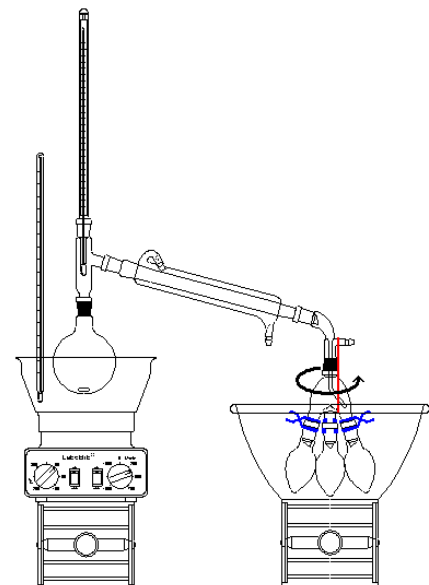
Destilliervorlage nach Bernauer:

Die Destilliervorlage nach Bernauer ist im Prinzip ein Destillationsvorstoß mit drei Ausläufen. In der Abbildung sehen Sie nur zwei davon, stellen Sie sich den dritten verdeckt vor. An die drei Ausläufe werden drei Kölbchen angeschlossen, so dass man das Destillat durch Drehen, wie mit dem Pfeil in der Skizze angedeutet, jeweils in eines der drei Kölbchen laufen lassen kann. Ohne das Evakuieren unterbrechen zu müssen kann man also 3 Destillatfraktionen auffangen. Spannen Sie Apparatur am Schliff **A** tragend ein. Setzen Sie weitere Stativklammern locker unterstützend bei **B** und bei **C**. Insbesondere muss der Schliff **B** drehbar bleiben. Im Gegensatz zur **Destillation bei Normaldruck** müssen Sie die übrigen Schliffverbindungen nicht mit Klemmen sichern, weil sich diese Verbindungen im Vakuum von selbst festsaugen. Lediglich die Vorlagenkölbchen müssen unbedingt mit Gabelklemmen gesichert werden, damit Sie nicht herunterfallen, wenn Sie das Vakuum aufheben.



Destilliervorlage nach Bredt:

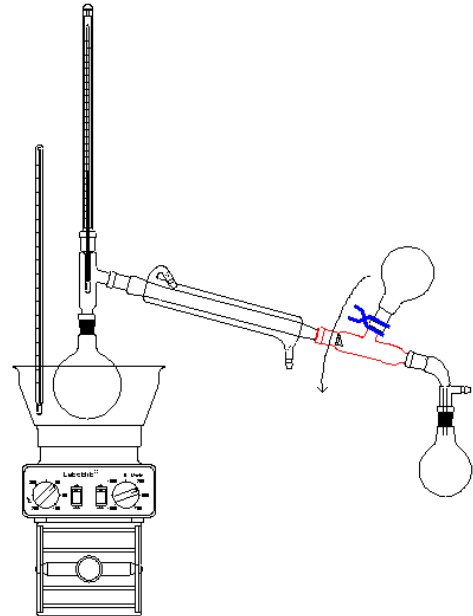
Nebstehend sehen Sie eine Apparatur mit einer Destilliervorlage nach Bredt. Diese Vorlage ist 2-teilig. Das Oberteil ist ein Vorstoß mit einem verlängerten gebogenen Auslaufrohr. Das Unterteil können Sie sich vorstellen wie einen Erlenmeyerkolben, an dessen Unterseite 4 Auslässe angebracht sind, wobei die Drehung des Unterteils (Siehe Pfeil in der Skizze) bewirkt, dass das Auslaufrohr jeweils über einen der 4 Auslässe positioniert werden kann. Weil diese Vorlage 2-teilig ist, ist das Einspannen und Sichern schwieriger. Mit ungeübten Händen fällt gern mal was herunter, und weil der nette Glasbläser immer wieder die Reste zusammenflickt, entstehen am Ende Unikate, deren Teile untereinander nicht mehr kompatibel sind. Insbesondere das Auslaufrohr stößt dann gern mal irgendwo an einem nicht passenden Unterteil an und knackt dann weg – und schon ist wieder was kaputt, obwohl nicht mal etwas heruntergefallen ist. Im Praktikum ist diese Vorlage deshalb ein Auslaufmodell.



Geklammert wird an den schwarz markierten Schliffen. Im Gegensatz zu einer bei Normaldruck durchgeführten Destillation brauchen Thermometer und Kühler nicht mit Schliffverbindungsklemmen gesichert zu werden, weil sich im Vakuum alle Teile fest aneinander saugen. Wenn Sie also ein passables Vakuum erreichen, sind die Schliffverbindungen dicht und gehen bei der Destillation auch nicht mehr auf.

„Selbstgebauter“ Fraktionswechsler:

Die nebenstehend abgebildete Option finden Sie auch im „Organikum“ beschrieben. Hier wird der in der Abbildung rot eingezeichnete Destillationsaufsatz als Verteiler zweckentfremdet. Diese einfache Apparatur ist angemessen, wenn Sie nur 2 Fraktionen erwarten, also z.B. einen Vorlauf und eine Hauptfraktion, wie es zum Beispiel der Fall ist, wenn Sie Benzaldehyd aufreinigen sollen. Der Vorlauf käme in diesem Fall in das hintere Kölbchen. Zum Sammeln der Hauptfraktion wird der zweite Kolben heruntergedreht. Die Notwendigkeit der eingezeichneten Schliffverbindungsklemme ist selbsterklärend. Bitte beachten Sie, dass dieser „Trick“ nur mit der NS14-Apparatur funktioniert, da der „große“ Destillationsaufsatz oben und unten unterschiedliche Schliffgrößen hat.



Andere Vakuumvorstöße

Mit einem **Anschütz-Thiele-Vorstöß** können beliebig viele Fraktionen aufgefangen werden, weil es mit diesem Gerät möglich ist, den Destillatkolben unabhängig von der Apparatur zu evakuieren oder zu belüften. Die Funktion dieses Gerätes ist auf einer [eigenen Seite](#) erläutert

Pumpen

Einzelheiten zum Umgang mit [Membranpumpe](#) und [Ölpumpe](#) sind separat beschrieben.

Sehr wichtig:

Mit Ölpumpen erreicht man viel niedrigere Drücke als mit Membranpumpen. **Die beiden Pumpentypen sind also nicht miteinander kompatibel! Greifen Sie deshalb nicht zur erstbesten Pumpe!** Wenn Sie - falsch - eine Ölpumpe statt einer Membranpumpe verwenden, erniedrigen Sie den Siedepunkt so weit, dass das Produkt nicht mehr kondensiert, sondern im Pumpenöl verschwindet. Wenn Sie statt einer Ölpumpe - falsch - mit einer Membranpumpe arbeiten, braten Sie im beheizten Kolben Ihre Substanz kaputt und es destilliert gar nichts!

Was tun, wenn das Vakuum unbefriedigend ist?

Die möglichen Ursachen sind sehr vielfältig! Rechnen Sie damit, dass Ihre erste Vakuumapparatur nicht auf Anhieb dicht ist! Es gibt gesondert beschriebene Strategien, um das [Problem einzukreisen](#)

Vorgehensweise bei Vakuumdestillationen

a) Allgemeine Hinweise

- Rechnen Sie mit einer „unruhigeren“ Destillation, die mittendrin auch mal zum Erliegen kommen kann. Siedesteine werden bei einer Unterbrechung des Siedevorgangs aber unwirksam und können deshalb nicht verwendet werden. Rühren Sie zur Vermeidung von Siedestößen kräftig mit dem Magnetrührkern.¹
- Rechnen Sie wegen des unruhigen Verlaufs auch damit, dass Sie zur Sicherheit erst einmal häufiger fraktionieren werden, weil sich nicht nur die Siedetemperatur, sondern Siedetemperatur und Druck geändert haben. Es ist nicht ungewöhnlich, wenn sich aufgrund anderer Daten (z.B. Brechungsindex) im Nachhinein herausstellt, dass einige Fraktionen wieder vereinigt werden können.
- Lassen Sie eine Vakuumdestillationsapparatur etwas abkühlen, bevor Sie belüften und lassen Sie die Luft vor allem langsam einströmen. In der noch heißen Apparatur kann die einströmende Luft mit dem verbliebenen Restdampf ein explosionsfähiges Gemisch bilden. Schell strömende Gase erzeugen elektrostatische Aufladungen. Somit sind alle Bedingungen für eine Explosion gegeben, zu der es im Praktikum aus diesem Grund leider schon einmal gekommen ist.

b) Ungeregelte Vakuumpumpe

- Sie wissen, dass das Siedeverhalten vom Druck abhängig ist. Wenn Sie eine ungeregelte Pumpe verwenden, ist der Druck invariant - Sie müssen den Enddruck hinnehmen, wie es kommt. Steuern können Sie nur die Temperatur. Also müssen Sie erst evakuieren und dürfen erst nach Erreichen des Endvakuums die dazu passende Siedetemperatur durch Anheizen „suchen“. Evakuieren Sie hingegen eine bereits heiße Mischung, ist es der Pumpe egal, ob in der Mischung schon etwas siedet. Sie evakuiert weiter mit der Folge, dass das Sieden so heftig wird, dass sich der zu destillierende Inhalt gleichmäßig in der gesamten Apparatur verteilt.
- Entfernen Sie vor dem Beginn einer Vakuumdestillation sorgfältigst alle leicht flüchtigen Lösemittel - zum Beispiel am Rotationsverdampfer. Verbleiben solche Lösemittel in der Vakuumdestillationsapparatur, verschlechtern sie das Endvakuum und können beim Evakuieren zu heftigem Aufsieden des Lösemittels führen.

c) Geregelte Vakuumpumpe

Mit einer geregelten Vakuumpumpe können Sie sowohl die Temperatur, als auch den Druck variieren. Diese Freiheit ist freilich nur dann Freiheit und nicht Fluch, wenn Sie in jeder Situation genau wissen, mit welcher Maßnahme Sie was erreichen. Bedenken Sie dabei, dass man den Druck ziemlich schnell ändern kann, die Temperatur des Heizbade hingegen nur sehr langsam.

- Enthält die zu destillierende Mischung noch Lösemittelreste, so kann man zunächst bei höherem Druck arbeiten und erst später stärker evakuieren.
- Es ist prinzipiell erst mal egal, ob die zu destillierende Lösung schon heiß ist oder nicht. Sie evakuieren eine schon heiße Mischung einfach so lange, bis der Siedevorgang einsetzt. Dies entspricht der Arbeitsweise am **Rotationsverdampfer**.
- Wenn Sie fraktionieren wollen, sind höhere Drücke in der Regel günstiger, weil dann die Siedepunktsdifferenzen größer sind.

¹ Die „klassische“ Methode zur Verhinderung von Siedestößen bei Vakuumdestillationen war früher eine Siedekapillare. Dazu musste ein Glasrohr in der richtigen Weise zu einer Kapillare ausgezogen werden. Zu dicke Kapillaren machten das Vakuum kaputt, zu dünne waren immergleich verstopft, zu lange sind abgebrochen. Seien Sie also froh, dass bei den heute sehr viel kleineren Ansätzen so eine Kapillare nicht mehr notwendig und also Rühren völlig ausreichend ist

- Wenn Sie sehr empfindliche Substanzen destillieren wollen, sind im Gegenteil niedrigere Drücke besser.
- Ein kleines bisschen mehr oder weniger Druck beeinflusst sofort die Destillationsgeschwindigkeit.