

## Wasserabscheider (Azeotrope Destillation)

Bei einer azeotropen Destillation destillieren zwei nicht miteinander mischbare Flüssigkeiten gemeinsam, wobei der Siedepunkt des Gemisches niedriger ist als der Siedepunkt der Einzelkomponenten. Im Destillat trennen sich beide Komponenten wieder. Man kann diesen Effekt z.B. dazu benutzen, (Reaktions-)Wasser aus einem Reaktionsgemisch herauszuschleppen, um z.B. eine Gleichgewichtsreaktion durch Entfernen der Reaktionskomponente „Wasser“ in die gewünschte Richtung zu treiben. Als Schleppflüssigkeit für Wasser wird oft Toluol verwendet.

Nebstehende Apparatur ermöglicht, dass die Schleppflüssigkeit nach getaner Arbeit wieder in die Mischung zurückfließt und der Schleppvorgang mit einer gegebenen Menge Lösemittel deshalb beliebig lang fortgesetzt werden kann.

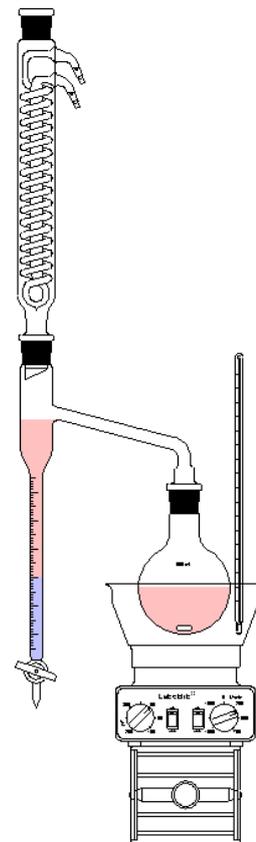
Das (Reaktions-)Gemisch wird in den Rundkolben gegeben und zum Sieden erhitzt. Der sich bildende Dampf steigt in dem schrägen Rohr auf und kondensiert im Kühler. Das Kondensat fällt in das senkrechte Rohr, wo es sich in die beiden Komponenten auftrennt. Ist dieses Rohr voll, läuft das oben befindliche Schleppmittel in den Reaktionskolben zurück.

Voraussetzung ist also, dass die Schleppflüssigkeit leichter ist als Wasser!

Der physikalische Hintergrund hat viel mit der

**Wasserdampfdestillation** gemein. Beim Wasserabscheider wird Wasser durch ein Lösemittel herausgeschleppt, bei der

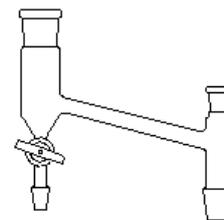
**Wasserdampfdestillation** soll Wasser eine andere Komponente herauszuschleppen.



### Was Sie beachten sollten:

- **Berechnen** Sie **vor dem Versuch** die Menge an Wasser, die Sie erwarten und lassen Sie sich einen Wasserabscheider passender Größe geben. Sie werden keine Freude haben, wenn der Wasserabscheider bei der Reaktion entweder dauernd überläuft oder so groß ist, dass Sie gar keinen Effekt mehr sehen.
- Die Apparatur wird an den schwarz markierten Schliffen mit Stativklammern fixiert und zwar an den beiden unteren tragend, mit der oberen nur leicht sichernd. Die dichte Verbindung des Kolbens mit dem Wasserabscheider müssen Sie durch spannungsfreie Fixierung mit den Stativklammern sicher stellen. Ist der Kolben klein (max 250 ml) so können Sie diesen alternativ in „hängender Montage“ mit einer Schliffverbindungsclammer fixieren, wodurch Sie einen garantiert spannungsfreien Aufbau erreichen. Dort wo Sie Stativklammern eingesetzt haben, dürfen Sie **keine Schliffverbindungsclammern** benutzen. Achten Sie auf die **korrekte Fixierung** des Badthermometers.
- Destillieren Sie nicht in den leeren Wasserabscheider hinein, weil sie sonst erhebliche Flüssigkeiten abdestillieren müssen, bis Sie den ersten Rücklauf des Schleppmittels erhalten. Füllen Sie stattdessen mit Wasser und Lösemittel voll, wie in der Abbildung ersichtlich.

- Obacht: Das nebenstehende Glasgerät sieht „irgendwie so ähnlich“ aus, wie ein Wasserabscheider. Es handelt sich hier aber um einen (besonders einfachen) Kolonnenkopf (nach Prahl), den Sie zur Wasserabscheidung nicht benutzen können, weil Ihnen hier kein Rohr zur Phasentrennung zur Verfügung steht! Das Problem ist, dass im Praktikum solche Kolonnenköpfe vorrätig gehalten werden und deshalb schnell mal „in die falsche Kiste“ gegriffen wird.



### ***Hinweise zur Versuchsdurchführung***

- Das Reaktionsende erkennen Sie daran, dass - gleichmäßiges Sieden vorausgesetzt - schließlich kein Wasser mehr abgeschieden wird. Nehmen Sie Ihr Laborjournal und tragen Sie dort in konstanten Zeitabständen die Menge des abgeschiedenen Wassers ein. Noch besser machen Sie es, wenn Sie im Laborjournal fix ein Diagramm hinkritzeln und die Wassermenge graphisch darstellen. Sie werden dann leichter erkennen, dass diese Menge asymptotisch einem Endwert zustrebt. Besonders simple Wasserabscheider haben keine Graduierung. Nehmen Sie dann einen Filzstift und markieren Sie in konstanten Zeitabständen die Phasengrenze. Wenn sich „nur noch wenig tut“, können Sie die Wassermenge bestimmen, indem Sie durch Öffnen des Hahns wieder bis zur Ausgangsmarke ablassen und die abgelassene Menge bestimmen.
- Es ist durchaus möglich, dass Sie mehr Wasser erhalten, als Sie eingangs berechnet haben. Bedenken Sie, dass Sie durch diese Operation auch alle anderen Wassermengen mit entfernen, die im Lösemittel oder in den Reagenzien mit enthalten waren. Es hätte keinen Sinn gemacht, alle Substanzen vorher einzeln zu absolutieren, da Sie das Wasser ja bei der Reaktion selbst herausziehen können.