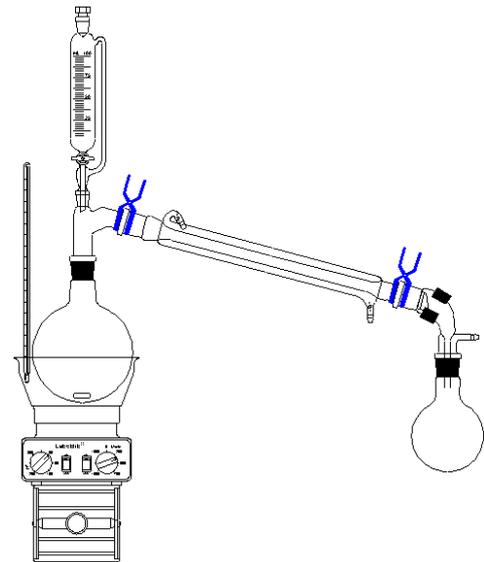


Wasserdampfdestillation

Die Wasserdampfdestillation ist eine spezielle Form der azeotropen Destillation¹. Informieren Sie sich in physikalisch-chemischen Lehrbüchern oder im „Organikum“ über die theoretischen Hintergründe. Der Effekt ist, dass abdestillierendes Wasser bestimmte Stoffe mit „herausschleppen“ - und also aus einer Mischung extrahieren kann. Die Methode

- ist sehr substanzschonend und
- oft sehr selektiv, weil nur einige Substanzen wasserdampfflüchtig sind.

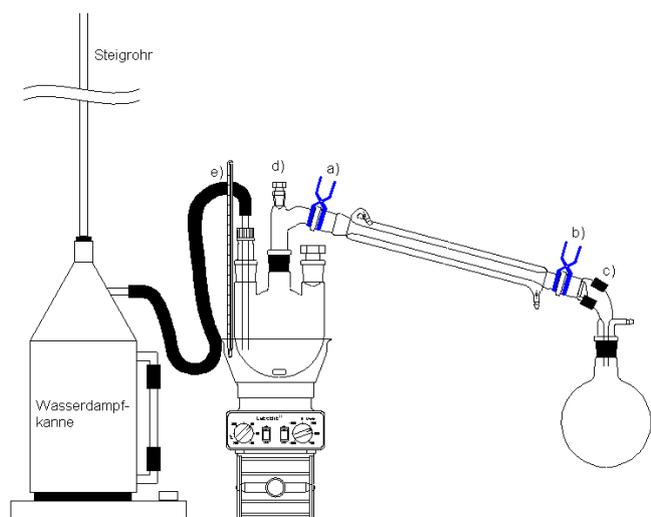
Eine einfache Apparatur zur Wasserdampfdestillation könnte so aussehen, wie in der nebenstehenden Abbildung. Es handelt sich dabei im Prinzip um eine **einfache Destillationsapparatur**, bei der abdestillierendes Wasser laufend aus einem Tropftrichter ergänzt wird. Die Apparatur „sieht komisch aus“, weil dort, wo normalerweise das Thermometer hingehört, jetzt der Tropftrichter steckt. Sie brauchen bei dieser Destillation aber die Siedetemperatur nicht zu messen, denn das Siedeverhalten von Wasser ist bekannt. Wenn Sie es besser finden, können Sie natürlich auch einen Dreihalskolben verwenden und den Tropftrichter in einen der Seitenhalse stecken. Dreihalskolben sind allerdings teurer ...



Das Problem der Wasserdampfdestillation ist, dass die Produktzusammensetzung von den Partialdampfdrücken der abdestillierenden Komponenten abhängt. Im allgemeinen steuert der abdestillierende Stoff nur einen geringen Dampfdruck bei, weshalb es typisch für die Wasserdampfdestillation ist, dass sehr große Mengen an Wasser überdestilliert werden müssen, um die gewünschte Substanz zu erhalten. Da es sehr energieaufwändig ist, Wasser zu verdampfen, ist die oben abgebildete Apparatur oft nicht leistungsfähig genug - es würde u.U. Tage dauern, bis die Destillation beendet ist².

Diesen Nachteil kann man beheben, indem zusätzlich mit einer externen und gesondert beheizten Wasserdampfkanne Wasserdampf erzeugt und in die Destillationsmischung eingeblasen wird.

Wie schon bei der **einfachen Destillationsapparatur** beschrieben, werden die schwarz markierten Schliffverbindungen tragend geklammert und die Verbindungen bei a) und b) mit Schliffverbindungsklammern gesichert. Die Stativklemme bei c)



¹ Eine andere gebräuchliche Anwendung einer azeotropen Destillation ist das Arbeiten mit einem **Wasserabscheider**.

² Wenn Sie nach Ihrer Versuchsanleitung mit dieser Apparatur auskommen, entnehmen Sie weitere Hinweise zum Aufbau und zum Betreiben der Apparatur den Hinweisen zur **einfachen Destillationsapparatur**

erleichtert den Fraktionswechsel. Die Abbildung zeigt hier die Variante mit einem Dreihalskolben. Sie können statt dessen auch hier mit einem Einhalskolben arbeiten und das Einleitungsrohr statt des Stopfens bei d) einsetzen.

Was hier anders ist als bei anderen Destillationen

Vergessen Sie alles, was Sie bisher über Destillationen gelernt haben. „Tröpfchen für Tröpfchen“ zu destillieren, wäre hier vollkommen verkehrt. Hier wird nicht gekleckert sondern geklotzt! Reinkübeln an Heizenergie, was geht, und kühlen, kühlen, kühlen heißt hier die Devise! In dem beheizten Kolben wird es ziemlich rappeln, weil im Idealfall eine ziemliche Menge Wasserdampf aus dem Rohr schießt. Die Mischung blubbert und schaukelt und es schleudert auch mal was die Kolbenwand hoch. Wenn Sie von ängstlicher Natur sind und noch nicht so viel Zutrauen zu Ihren experimentellen Fähigkeiten haben, sollten Sie jetzt allen Mut zusammen nehmen. Wenn hingegen Ihre Angst obsiegt und Sie nur zaghaft Wasserdampf einleiten, gibt es zwei Möglichkeiten:

1. Sie erledigen den Job trotzdem gewissenhaft, brauchen aber wegen der stark verminderten Effektivität das dreifache an Zeit wie Ihre mutigeren Nachbarn.
2. Sie sind nicht nur ängstlich sondern auch ein bisschen unbedarft und neidisch, hören also einfach nach der gleichen Zeit auf mit dem Destillieren wie Ihre mutigeren Nachbarn und haben aber längst nicht alles abdestilliert was abdestilliert werden sollte.

Es gibt nur ein Problem, das auf die sich heftig bewegende Mischung zurückzuführen ist, dass nämlich etwas so hoch schwappt, dass es in das absteigende Ende des Kühlers gelangt. Das wäre dann kein Destillieren mehr sondern ein „Umgießen am Siedepunkt“. Dieses Problem vermeiden Sie, indem Sie von vornherein einen ausreichend großen Kolben verwenden, der während der gesamten Destillation nicht mehr als bis zur Hälfte gefüllt sein sollte.

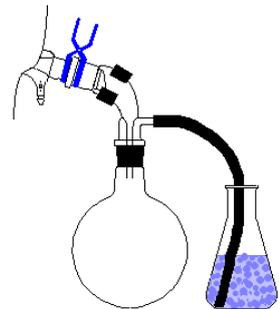
Was Sie falsch machen können:

- Wenn Sie mit der Wasserdampfkanne arbeiten sollen, werden große Mengen an Wasser bewegt. Dafür eine kleine Destillationsapparatur aufzubauen, wäre Unsinn. Sie brauchen große Kolben und den großen Kühler.
- Bedenken Sie, dass der Kühler die gesamte Heizenergie die Sie hineinstecken, auch wieder herausholen muss! Der Kühler sollte deshalb möglichst lang sein und das Kühlwasser sollte auch lebhaft durch den Kühler strömen.
- Füllen Sie die Dampfkanne mit destilliertem Wasser. Mit Leitungswasser verkalkt sie!
- Das Steigrohr sollte so lang wie möglich sein und in der Kanne bis dicht über den Boden reichen. Im Betrieb dient das Steigrohr zur Druckanzeige und zur Entlastung bei Siedestößen. Je länger das Rohr ist, um so mehr „Druck“ können Sie machen.

Es ist übrigens immer so, dass Sie im Praktikum nur Wasserdampfkanne finden, bei der das Steigrohr abgebrochen ist oder ganz fehlt - auch wenn die Assistenten gerade 2 Tage vorher alle Glasrohre neu gemacht haben. Sie müssen also ein neues Rohr und oft auch einen passenden Gummistopfen besorgen. Achtung: Es gibt Stopfen mit dünner Bohrung und solche mit dickerer Bohrung. Wenn Sie ein dickes Glasrohr durch einen Stopfen mit dünner Bohrung zwingen, bricht es ab und Sie können das Praktikum nicht mehr weiter machen, weil Sie einen dicken Verband tragen müssen. Wenn Sie ein dünnes Glasrohr durch den Stopfen mit der dünnen Bohrung schieben, bricht es auch häufig ab, weil dünne Glasrohre nun mal empfindlicher sind. Auch dann können Sie kein Praktikum mehr machen sondern nur noch einen Verband tragen. Ein Stopfen mit dicker Bohrung und ein passendes Glasrohr stellen hingegen den Erfolg sicher! Zu lange Glasrohre kann man übrigens kürzen. Vergessen Sie nicht, die Enden rund zu schmelzen. Beachten Sie die separaten Anleitungen für das **Zuschneiden und Abschmelzen** von Glasrohren sowie das **Hindurchführen von Glasrohren durch Gummistopfen**. Wenn Sie das falsch machen,

gehen Sie ein hohes Verletzungsrisiko ein! In der Kanne muss das Rohr bis dicht an den Boden reichen.

- Platzieren Sie die Dampfkanne nicht zu dicht an die Glasscheiben des Abzuges! Wegen der kräftigen Erwärmung können die Scheiben aufgrund thermischer Spannungen zerbrechen!
- In jedem Praktikumsraum gibt es elektrische Heizplatten. Verschwenden Sie zur Beheizung der Dampfkanne keinen Magnetrührer, der woanders nötiger gebraucht werden könnte.
- Achten Sie darauf, dass der Schlauch, mit dem Sie den Dampf in das Destillationsgemisch einleiten, an keiner Stelle knickt. Das passiert besonders beim Betrieb sehr leicht, weil das Material in der Siedehitze weicher wird. Stützen Sie deshalb bei e) mit einer Stativklemme ab! Verwenden Sie einen Schlauch mit passendem Durchmesser, bzw. auch ein Einleitungsrohr mit passendem Durchmesser. Hilflozes Gebastel mit Tesafilm oder der Versuch, einen Schlauch mit einer Quetsche auf die Hälfte seines natürlichen Durchmessers zu komprimieren sind dilettantisch und enden in einer elenden Wasserpannscherei. Lesen Sie die Hilfen, wie man **dichte Schlauchverbindungen** herstellt!
- Das Einleitungsrohr soll tief in die zu destillierende Mischung eintauchen, darf aber nicht mit dem Rührer ins Gehege kommen. Wird der Wasserdampf nicht in die Mischung eingeleitet, spülen Sie lediglich Ihre Apparatur mit Wasserdampf und die eigentlich abzudestillierende Substanz bleibt gelangweilt in der Destillationsmischung liegen. Das Glasrohr soll möglichst weit sein. Aus Bequemlichkeit eine in der Länge zufälligerweise gerade passende Pasteurpipette zu verwenden, wäre Unfug! Auch das Einleitungsrohr muss sehr wahrscheinlich passend hergestellt, also **zugeschnitten und abgeschmolzen** werden.
- Das beschriebene Rappeln der Mischung ist ein guter Schutz gegen Siedestöße. Wenn es nicht rappelt, muss aber der Rührer diese Funktion übernehmen. Achten Sie darauf, dass dieser sich dazu ausreichend schnell dreht!
- Wenn der Kühler es nicht schafft, den Dampf zu kondensieren, besteht die Gefahr, dass Dampf und der abzudestillierende Stoff aus der Apparatur entweichen. Kühlen Sie die Vorlage mit einem **Eisbad**, um das zu verhindern. Wenn das nicht reicht, schließen Sie einen PVC-Schlauch an den Vorstoß an und leiten Sie das, was dort noch entweicht, in einen mit Eiswasser gefüllten Erlenmeyerkolben. Nach dem Ende der Destillation vereinigen Sie das Destillat mit dem Inhalt des Erlenmeyerkolbens.
- Während der Destillation haben Sie tüchtig Stress:
 - Aus der Dampfkanne darf nichts herauspritzen - und die Heizleistung reagiert bei elektrischen Beheizungen nur träge.
 - Möglicherweise ist nicht alles dicht, der weich gewordene Schlauch fällt aus der Halterung, der Kühler verstopft oder es dampft plötzlich tüchtig aus dem Vorstoß. Wasserdampfdestillationen sind nichts, was man sich selbst überlassen kann!
- Während der Destillation haben Sie vor allem darauf zu achten, dass der Flüssigkeitsstand im Siedekolben über die gesamte Zeit etwa gleich hoch bleibt:
 - Sinkt der Flüssigkeitsstand, so braten Sie gerade den Reaktionskolben leer. Reduzieren Sie die Beheizung des Siedekolbens und sorgen Sie dafür dass möglichst viel Dampf aus der Kanne in den Reaktionskolben kommt. Erhöhen Sie die Beheizung der Kanne und achten Sie darauf, dass keine Knickstellen oder sonstige Verstopfungen in der Dampfzuleitung auftreten.
 - Steigt der Flüssigkeitsstand, so kondensiert zu viel von dem eingeleiteten Dampf im Reaktionskolben. Erhöhen Sie die Beheizung des Reaktionskolbens rechtzeitig! Wird



der Kolben zu voll, können Sie nur noch mit verminderter Geschwindigkeit abdestillieren!

Was mache ich, wenn Kühler oder Vorstoß verstopfen?

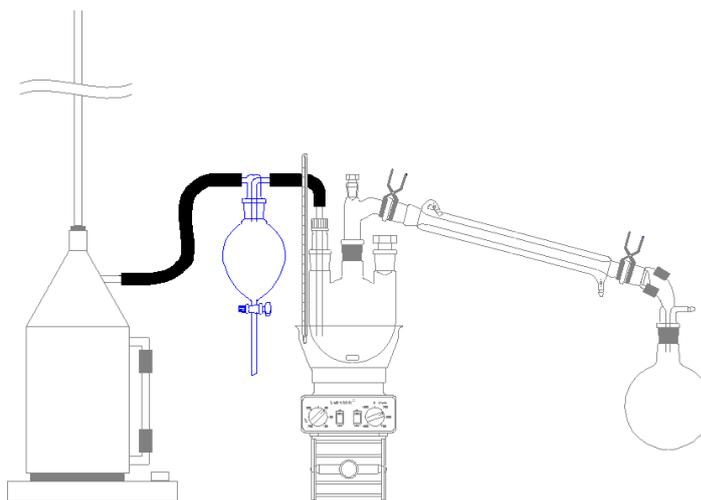
Das kann nur vorkommen, wenn es sich um einen wasserdampflichen Feststoff handelt und der sich im Kühler ansammelt. Drehen Sie kurzzeitig das Kühlwasser ab. Der nun immer später kondensierende Dampf treibt den Niederschlag vor sich her und spült ihn in den Vorlagekolben. Sobald das passiert ist, drehen Sie das Kühlwasser wieder auf.

Was mache ich, wenn die Dampfkanne leer ist?

Dann muss die Destillation abgebrochen und die Kanne neu gefüllt werden. Das ist recht umständlich und bedeutet einen ziemlichen Zeitaufwand. Sie sollten deshalb immer mit einer vollen Kanne und nicht aus falscher Bequemlichkeit mit einer nur halb voll gefüllten Kanne beginnen. Die Mühe, vor dem Beginn der Destillation den Stopfen zum Befüllen dann doch herauszupopeln, kann sich zehnfach bezahlt machen!

Apparatur mit „Kondensatabscheider“

In anderen Quellen findet man gelegentlich Apparaturen zur Wasserdampfdestillation, bei denen in der Dampfzuleitung noch ein Scheidetrichter eingebaut ist. In der Regel wird dieser als „Kondensatabscheider“ angepriesen.



Das Problem ist, dass dieser Scheidetrichter eine schöne große, Wärme abstrahlende Fläche hat, weshalb ein Teil des gerade mühsam erzeugten Dampfs dort schon wieder kondensiert und der Scheidetrichter nicht nur ein Kondensatabscheider, sondern vor allem ein unerwünschter (!) **Kondensaterzeuger** ist. Der Scheidetrichter hat allerdings einen gewichtigen anderen Vorteil:

Stellen Sie sich vor, die Destillation sei beendet und Sie schalten die Beheizung der Dampfkanne aus - oder die Beheizung der Dampfkanne fällt aus irgendwelchen anderen Gründen aus. Logisch, dass dann der Dampf abkühlt und alsbald kondensiert. Kondensierter Dampf - also das Wasser nimmt aber nur noch einen Bruchteil des Dampfolumens ein. Die Folge ist ein Unterdruck, der, wenn Sie nicht ganz fix bei der Hand sind, schneller als Ihnen lieb ist, den gesamten Inhalt des Destillationskolben in die Dampfkanne zurücksaugt! Das wollten Sie gerade nicht - und der Dampfkanne tut das auch nicht gut! Hier kann der Tropftrichter - ähnlich wie eine **Sicherheitswaschflasche** - den zurücksteigenden Kolbeninhalt aufhalten.

Zur besseren Dampfausbeute raten wir im Praktikum dennoch dazu, den Scheidetrichter wegzulassen³. Man muss allerdings um die Konsequenzen wissen und die gesamte Zeit Gewehr

³ Das „Organikum“ empfiehlt sogar ganz im Gegenteil, statt des Scheidetrichters eine mit dem Bunsenbrenner beheizte Kupferrohrspirale in die Zuleitung einzubauen, um den Dampf weiter aufzuheizen.

bei Fuß stehen, um jederzeit das Einleitungsrohr hochziehen zu können, wenn ein Zurücksteigen droht. (Siehe auch: „Wie beendet oder unterbricht man eine Wasserdampfdestillation?“) Wenn Sie dennoch einen Scheidetrichter einbauen wollen, so achten Sie darauf, dass dieser aus temperaturbeständigen Glas besteht. Bei den dickwandigen Scheidetrichtern ist dies nicht der Fall!

Woran kann man das Destillationsende erkennen?

Wasserdampf-flüchtige Substanzen sind im Idealfall gar nicht - in der Praxis allerdings gelegentlich doch ein bisschen - mit Wasser mischbar. Beim Kondensieren trennen sich also Produkt und Wasser wieder und je nach Aggregatzustand des Produkts erhalten Sie im Destillat ein Öl oder einen Niederschlag. Man kann nun schlecht begutachten, ob die Menge eines Niederschlags oder eines Öls noch zunimmt. Deshalb ist es besser, die Vorlage zu wechseln, um zu sehen, ob nur noch reines Wasser oder immer noch ein 2-Komponentengemisch abdestilliert. Für diesen Test kann man zwischendurch auch mal ein kleineres Kölbchen an die Apparatur anschließen. Ist die Wasserlöslichkeit zu hoch, muss man ev. eine kleine Probe des Gemisches aufarbeiten, indem man z.B. im Reagenzglas mit Ether ausschüttelt und ein Dünnschichtchromatogramm der etherischen Phase anfertigt.

Wie beendet oder unterbricht man eine Wasserdampfdestillation?

Lesen Sie den Abschnitt über den „Kondensatabscheider“. Sie werden dann verstehen, dass Sie als erstes das Einleitungsrohr aus der Destillationsmischung herausziehen müssen. Alles andere danach ist in der Reihenfolge egal. In der Abbildung ist dazu der Schlauch zur Vermeidung von Dampfverlusten zwar so kurz wie möglich aber dennoch so lang, dass man das Rohr tatsächlich hochziehen kann! Vorsicht: Schlauch und Rohr werden bei Betrieb heiß! Verwenden Sie einen Handschuh!

Was muss man sonst noch beachten?

Denken Sie an das rechtzeitige hochziehen des Einleitungsrohres!

Wie kann man sich auf die Destillation vorbereiten?

Träumen Sie von Einleitungsrohren!

Wann kann ich dem Assistenten sagen, dass ich die Destillation erfolgreich beendet habe?

Erst, wenn Sie das Einleitungsrohr herausgezogen haben!