

3. DESTILLATION

Die Destillation ist die wichtigste Methode zur Reinigung von Flüssigkeiten und zur Trennung von Flüssigkeitsgemischen. Voraussetzung ist, dass die Substanzen ohne Zersetzung bei Normaldruck oder im Vakuum siedend.

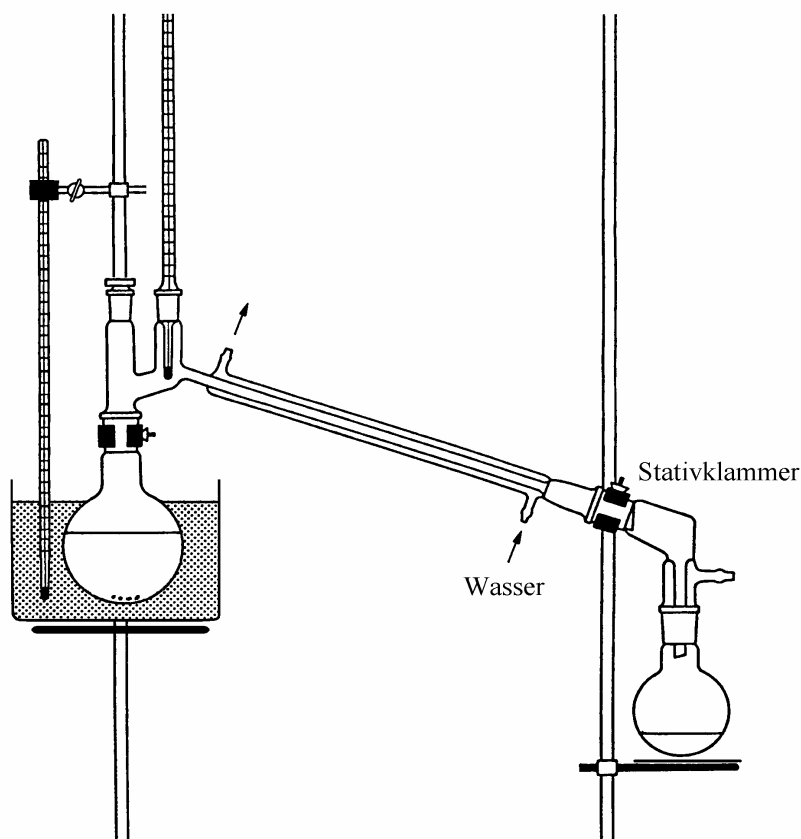
DESTILLATION BEI NORMALDRUCK

Destillationsapparatur

Bei der Destillation wird die zu destillierende Flüssigkeit in einer Apparatur zum Sieden erhitzt. Der entweichende Dampf wird so kondensiert, dass das Kondensat (Destillat) nicht in den Destillationskolben zurückfließt, sondern in einer Vorlage aufgefangen wird.

Wenn nicht anders vorgeschrieben, destilliert man bei Normaldruck (1013 hPa). Der Siedepunkt hängt vom Druck in der Apparatur ab: Er fällt mit abnehmendem Druck. Die Wahl des Drucks, bei dem eine Destillation durchgeführt wird, richtet sich nach dem Siedepunkt der Substanz und ihrer Stabilität bei höherer Temperatur. Eine Verbindung mit einem Siedepunkt von 300 °C bei Normaldruck wird man bei tieferer Temperatur im Vakuum destillieren, um Zersetzung zu vermeiden.

Die Siedetemperaturen sollten im Bereich von ca. 30 – 170 °C liegen, da höhere Temperaturen oft zu Zersetzung führen und bei tieferen Temperaturen nicht mehr mit Leitungswasser gekühlt werden kann.



Beschreibung der Standard-Apparatur für die Destillation bei Normaldruck (von links nach rechts):

- Destillationskolben mit der zu destillierenden Flüssigkeit. Der Kolben soll mindestens halb, maximal zu 2/3 gefüllt sein. Da in jeder Destillationsapparatur eine bestimmte, der Größe der Apparatur proportionale Menge an Destillationsgut zurückbleibt (Retentionsvolumen), ist es unsinnig zu versuchen, z.B. 10 ml Flüssigkeit aus einem 500-ml-Kolben zu destillieren!

- Destillationsaufsatz mit absteigendem Kühler (Claisen-Brücke). Der Wasserkühler wird durch Schläuche mit der Wasserleitung und dem Abfluss verbunden. Das Kühlwasser soll in Pfeilrichtung strömen, damit es am Ende des Kühlers am kältesten ist und die Dämpfe des Destillats am Kühleranfang auf weniger kaltes Kühlwasser treffen. Die Schläuche lassen sich besser aufschieben und abziehen, wenn sie mit etwas Glycerin befeuchtet werden (keine Gewalt anwenden!).
- Thermometer zum Ablesen der Siedetemperatur. Die Mitte der Quecksilberkugel soll sich auf Höhe des Übergangs zum absteigenden Kühler befinden. Achten Sie dabei darauf, dass der Dampf *nicht unter* der Quecksilberkugel hindurch in den Kühler gelangt, da dann ein zu niedriger Siedepunkt vorgetäuscht wird.
- Vorstoß als Verbindungsstück zur Vorlage mit seitlicher, als Olive ausgebildeter Öffnung zum Anschluss an die Atmosphäre (oder die Vakuum-Leitung). Destillieren Sie nie in einer völlig abgeschlossenen Apparatur! Es besteht Explosions- und Feuergefahr durch Überdruck in der Apparatur!
- Vorlage, deren Größe sich nach der zu erwartenden Menge an Destillat richten soll.
- Als Heizquellen dienen Ölbäder (bis zu einer Siedetemperatur von etwa 180 °C), die elektrisch beheizt werden (Heizplatten mit stufenlos regulierbarer Heizung, Trägheit beachten!). Wasserbäder (bis zu einer Siedetemperatur von etwa 70 °C) sind weniger empfehlenswert. Elektrische Heizhauben dürfen für Destillationen *nicht* verwendet werden, weil bei abnehmender Flüssigkeitsmenge die Wand des Destillationskolbens oberhalb der Flüssigkeit überhitzt wird, was zur Zersetzung (Pyrolyse) führt.
- Ein Thermometer im Heizbad dient zur Kontrolle der Badtemperatur.

Aufbau einer Destillationsapparatur

Man befestigt den Destillationskolben mit einer Klammer in einer solchen Höhe, dass Heizbad, Heizquelle und Labor-Hebebühne ohne Verrücken der Apparatur entfernt werden können. Anschließend befestigt man die Claisen-Brücke und den Vorstoß. Es ist auf ein spannungsfreies Anklammern der Apparatur an den beiden Stativstangen zu achten. Zur Kontrolle des Wasserflusses baut man im Ablauf einen "Wasserwächter" ein.

Die Vorlagekolben werden mit einer Halteklammer oder mit Federn gesichert. Vor Beginn der Destillation sind der Destillationskolben und die Vorlagekolben zur Bestimmung der Menge des Destillats und des Destillationsrückstands zu tarieren!

Geben Sie *unbedingt vor dem Erhitzen einige Siedesteinchen* in den Destillationskolben, um Siedeverzüge zu vermeiden, durch die die Flüssigkeit explosionsartig aus der Apparatur herausgeschleudert wird (Brandgefahr, Substanzverlust!).

Stellen Sie das Kühlwasser an. Das muss sehr vorsichtig erfolgen, da bei einem zu starken Wasserdruck die Gefahr besteht, dass die Wasserschläuche abplatzen. Bei der Verwendung von Ölbädern als Heizquelle kann Wasser ins Öl spritzen. Wenn das Ölbad heiß ist, kann durch das verdampfende Wasser das Öl herausgeschleudert werden (Brandgefahr, Verletzungsgefahr!).

Durchführung der Destillation

Das Heizbad wird langsam und vorsichtig bis zum Sieden des Destillationsguts erhitzt. Die Temperatur des Heizbads wird mit einem eigenen Thermometer überwacht. Die Destillationsgeschwindigkeit richtet sich nach den Mengen, die destilliert werden (ca. 1 – 5 Tropfen Destillat in 10 Sekunden). Die Badtemperatur kann den Siedepunkt des Produktes beeinflussen. Bei zu hoher Badtemperatur wird die Substanz überhitzt. Sie siedet zu schnell und der abgelesene Siedepunkt liegt zu hoch! Bei extremer Überhitzung kann das Destillationsgut aus der Apparatur herausgeschleudert werden (Brandgefahr!).

Die Heizbadtemperatur während der Destillation sollte höchstens 30 – 50 °C oberhalb des Siedepunktes der Substanz liegen. Der Destillationskolben sollte bis zur Nähe des Schliffansatzes in das Heizbad tauchen. Dadurch wird vermieden, dass der Dampf schon an der unbeheizten Wand des Destillationskolbens wieder kondensiert.

Bei hohem Siedepunkt sollte man die Destillationsapparatur bis zum Ansatz des absteigenden Kühlers mit Aluminiumfolie isolieren.

Während der Destillation muss man den Kühlwasserfluss mit einem "Wasserwächter" kontrollieren. Unvollständige Kondensation brennbarer Dämpfe, meist von Lösungsmitteln mit niedrigem Siedepunkt (z.B. Diethylether, Petrolether), kann zu schweren Bränden führen. Daher kühlt man die Vorlage mit einem Eisbad und löscht offenes Feuer in der Nähe der Apparatur.

Vom Destillat werden folgende Fraktionen aufgefangen:

- Der *Vorlauf* ist das bis zur Einstellung einer konstanten Siedetemperatur übergehende Destillat. Er besteht bei einer einheitlichen Substanz meist nur aus wenigen Tropfen.
- Die *Hauptfraktion*: Eine reine Verbindung, sollte innerhalb von 1 – 2 °C, in günstigen Fällen innerhalb von 0.5 °C übergehen.
- Der *Nachlauf* ist das nach der Hauptfraktion übergehende Destillat, das höher siedende Stoffe enthalten kann. Oft werden auch nur die Dämpfe der reinen Substanz in dem fast leeren Kolben zum Schluss überhitzt, wodurch ein höherer Siedepunkt vorgetäuscht wird. Auch bei einer Substanz, die bei konstantem Siedepunkt übergeht, sollte man die letzten Tropfen in einem gesonderten Kolben als Nachlauf auffangen, um die Brechungsindizes vergleichen zu können.

Die Bestimmung des Brechungsindex dient der Reinheitskontrolle. Fraktionen mit gleichem Brechungsindex werden vereinigt.

Protokoll

Protokollieren Sie den Verlauf einer Destillation in folgender Weise:

Nr.	Fraktion	Uhrzeit	Bad-Temp. [°C]	Sdp. [°C]	Menge [g]	n_D^{20}
1	Vorlauf					
2	Hauptfraktion					
3	Nachlauf					

Summe: g

Eingesetzt: g

Rückstand: g

Substanzverlust: g

Die Protokollierung der Uhrzeit lässt Rückschlüsse auf den Destillationsverlauf zu. Da bei zu langer Dauer und entsprechend hoher thermischer Belastung Substanzen sich verändern oder zersetzen und Substanzen in Gemischen miteinander reagieren können, ist die Zeitangabe wichtig!

Anwendungsbereich der Destillation

Eine brauchbare Trennung von Gemischen ist durch Destillation mit den im Praktikum verwendeten einfachen Destillationsapparaturen nur möglich, wenn sich die Siedepunkte um mindestens 70 – 80 °C voneinander unterscheiden. Eine Destillation ist daher nur in folgenden Fällen sinnvoll:

1. Die Flüssigkeit enthält nicht flüchtige oder schwer flüchtige Verunreinigungen, z.B. gelöste Salze, fein verteilte nicht filtrierbare feste Partikel, färbende Verunreinigungen, Polymere, höhermolekulare Kondensationsprodukte (z.T. Ursache für die Verfärbung).
2. Die Flüssigkeit ist das Lösungsmittel für eine Verbindung, die aus einer Mischung extrahiert wurde. Nach Destillation des Lösungsmittels bleibt die nicht flüchtige oder sehr viel höher siedende Verbindung zurück.
3. Die Flüssigkeit enthält mehrere Komponenten, die sich im Siedepunkt um mindestens 70 – 80 °C unterscheiden. In diesem Falle lassen sich die Komponenten durch fraktionierende Destillation trennen. Zwischen den Hauptfraktionen mit Siedepunkten der reinen Komponente liegen Fraktionen der entsprechenden Gemische.

Liegen die Siedepunkte dichter beieinander, muss man mit einer Kolonne destillieren. Zuvor muss aber das Gemisch in einer einfachen Destillationsapparatur destilliert werden, damit alle Spuren anorganischer Säuren, Basen oder Salze, die Polymerisation oder Zersetzung bewirken können, entfernt sind.

Bei größeren Lösungsmittelmengen gibt es zwei Möglichkeiten:

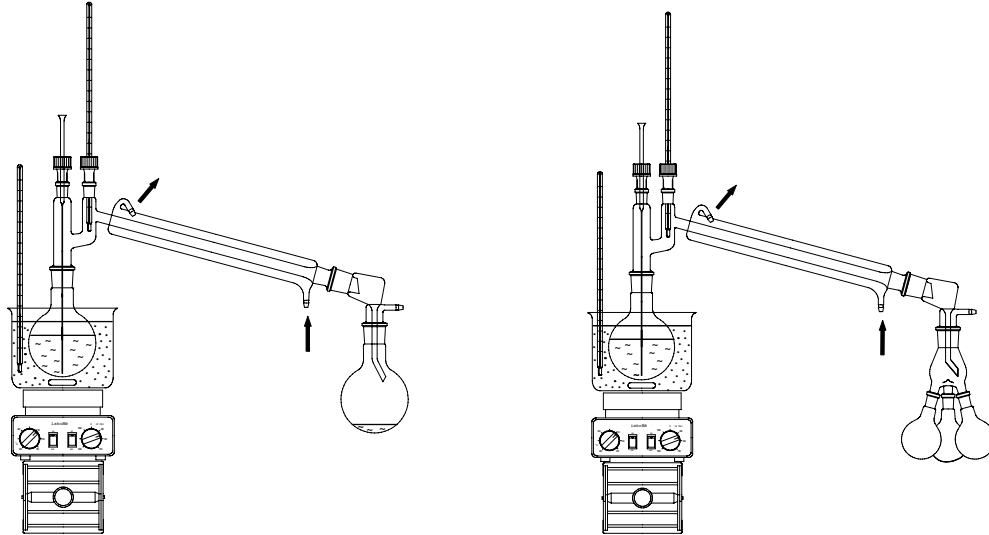
1. Man destilliert die gesamte Menge mit einer NS-29-Destillationsapparatur, überführt den Rückstand quantitativ in ein kleines Kölbchen (am besten mit einer Pipette mit Hütchen), spült den Kolben der NS-29-Destillationsapparatur mehrmals mit 2 – 3 ml Lösungsmittel und destilliert Lösungsmittel und Produkt.
2. Man verwendet von vornherein eine kleine Destillationsapparatur mit aufgesetztem Tropftrichter und tropft während der Destillation die Lösung in dem Maße zu, wie das Lösungsmittel destilliert.

DESTILLATION IM VAKUUM

Durch Verminderung des Drucks wird der Siedepunkt erniedrigt:

- im Membranpumpen- oder Wasserstrahlvakuum ($10 - 25$ hPa) um ca. 100 °C
- im Ölpumpenvakuum ($10^{-1} - 10^{-3}$ hPa) um ca. 160 °C.

Die Standard-Destillationsapparatur muss für Destillationen im Vakuum ergänzt werden:



Die Apparatur wird über die Olive am Vorstoß mit einem dickwandigen Vakuumschlauch (Innendurchmesser $6 - 8$ mm) an die Vakuumpumpe angeschlossen. Man bedenke dabei, dass durch lange Schläuche mit kleinem Durchmesser das Vakuum *in der Apparatur* wesentlich schlechter wird!

Zur Vermeidung von Siedeverzügen (plötzliches, explosionsartiges Verdampfen des überhitzten Destillationsguts) arbeitet man bei der Vakuumdestillation entweder mit einer Glassiedekapillare, die im Vakuum eine Kette winziger Luftperlen durchlässt, oder mit einem Magnetrührer und einem *nicht zu kleinen* Magnetrührstab.

Der Abstand von der Oberfläche des Heizbads bis zum Ansatz des Kühlers sollte möglichst klein sein; es ist ratsam, diesen Teil der Apparatur gegen Wärmeverluste mit Aluminiumfolie zu isolieren.

Seit 1972 ist die SI-Einheit (Systeme International d' Unités) für den Druck das Pascal:

$$1 \text{ N/m}^2 = 1 \text{ Pa} \quad 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa} \quad 760 \text{ Torr} = 1013 \text{ hPa}$$

$$100 \text{ Pa} = 1 \text{ hPa} = 1 \text{ mbar} = 0.75 \text{ Torr} = 0.75 \text{ mmHg}$$

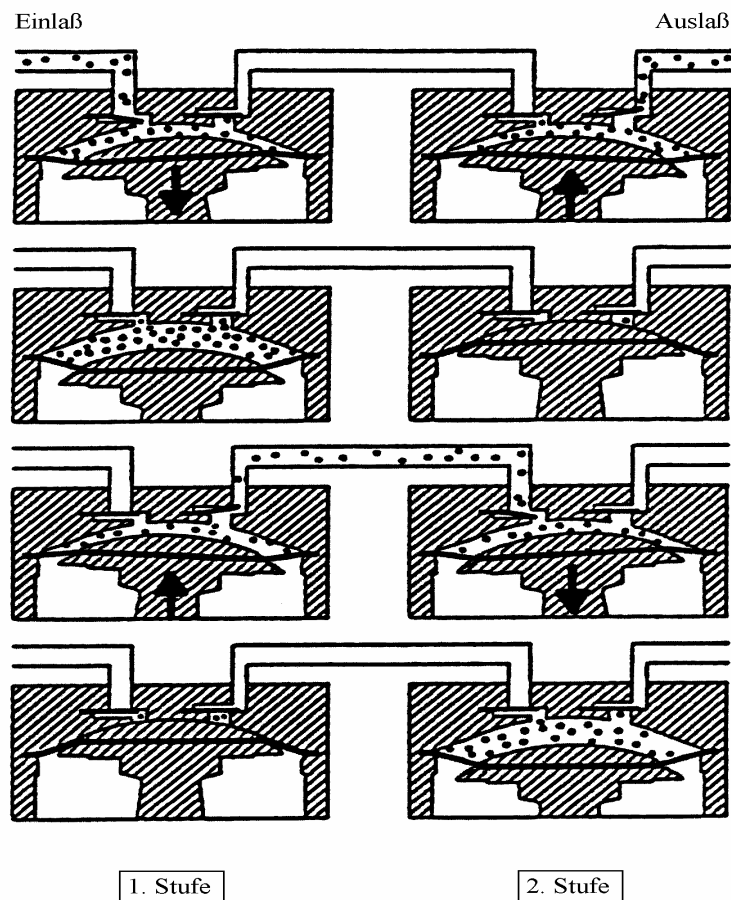
Vakuumbereich	Druck [hPa]	Vakuumpumpen
Großvakuum	$900 - 1$	Membranpumpen, Wasserstrahlpumpen
Feinvakuum	$1 - 10^{-3}$	Drehschieber-Ölpumpen
Hochvakuum	$10^{-3} - 10^{-7}$	Öldiffusionspumpen

Pumpentyp	Wasserverbrauch [l/h]	Saugvermögen [m^3/h]	Endtotaldruck [hPa]	Auspumpzeit für einen 5-l-Behälter (großer Exsikkator)
Wasserstrahlpumpe	> 250	$0.25 - 0.40$	$20 - 25$	$5 - 10$ min
Membranpumpe (2-stufig)	–	$2 - 6$	$10 - 15$	3 min
Drehschieber-Ölpumpe (1-stufig)	–	$2 - 6$	10^{-1}	3 min
Drehschieber-Ölpumpe (2-stufig)	–	$2 - 6$	10^{-3}	3 min

Membranpumpen

Membranpumpen arbeiten nach dem Hubkolbenprinzip, wobei der Kolben durch eine flexible Membran ersetzt ist. Durch die exzentrische Anordnung des Pleuels wird eine oszillierende Bewegung erzeugt, die das Volumen des Schöpfraumes stetig verändert. Der Gasstrom wird durch die Ventile im Pumpenkopf gesteuert.

Je nach Anzahl der Pumpkammern unterscheidet man ein-, zwei- und dreistufige Membranpumpen. Bei den mehrstufigen Pumpen sind die einzelnen Pumpkammern in Serie geschaltet und erzeugen so ein besseres Vakuum. Die in den Chemie-Praktika der Universität Würzburg verwendeten zweistufigen Membranpumpen sind besonders chemikalienbeständig, da die Chemikalien-berührenden Teile aus PTFE-Materialien (Teflon®) bestehen.



Vorteile der Membranpumpe gegenüber der früher üblichen Wasserstrahlpumpe:

- Hohes Saugvermögen
- Trockenes Vakuum
- Keine Emission von Chemikalien in Wasser oder Luft
- Gezielte Entsorgung/Rückgewinnung der Chemikalien

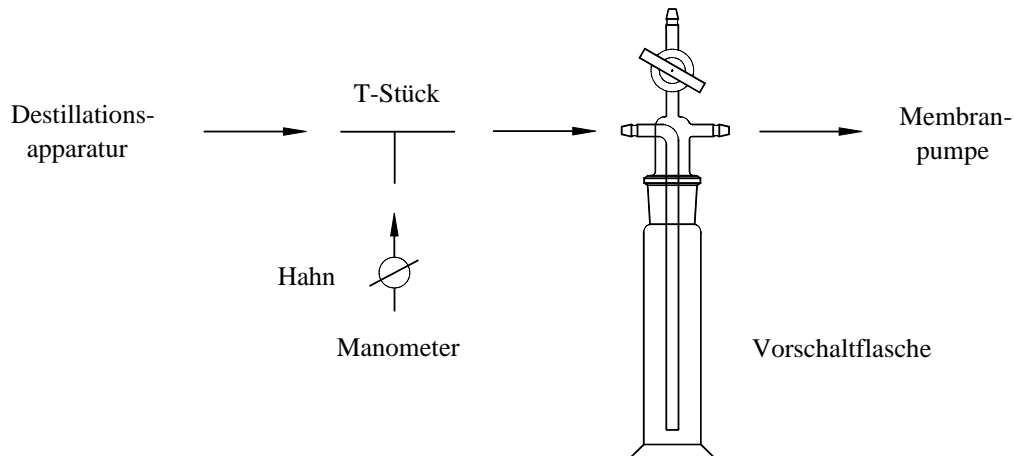
Nachteile:

- Hohe Anschaffungskosten
- Größerer Wartungsaufwand

Bei der Destillation im Membranpumpenvakuum wird die Destillationsapparatur über eine Vorschaltflasche mit dem Vakuumanschluss verbunden. Die Vorschaltflasche erfüllt zwei Funktionen:

- Sie verhindert, dass eventuell austretende Flüssigkeit in die Vakuumpumpe gelangt.
- Der Hahn an der Vorschaltflasche dient zum Belüften der Apparatur (am Ende der Destillation oder bei unvorhergesehenen Ereignissen während der Destillation).

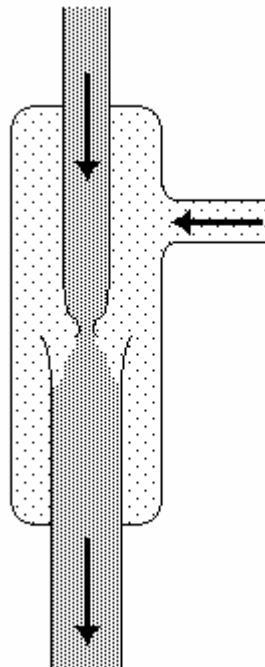
Das Manometer wird über ein T-Stück mit der Destillationsapparatur verbunden. Der Manometerhahn wird nur für die Vakuummessung geöffnet, ansonsten bleibt er geschlossen. Die Schlauchverbindungen bestehen aus dickwandigem Vakuumschlauch.



Wasserstrahlpumpe (früher üblich)

Die Wasserstrahlpumpe ist die einfachste und billigste Vakuumpumpe. Der Wasserstrahl wird beim Durchtritt durch die Lavalldüse der Pumpe auf hohe Geschwindigkeit beschleunigt und in eine Staudüse expandiert, durch die er die Pumpe verlässt. Der aus der Düse austretende Wasserstrahl transportiert in seinen äußeren Schichten die abzusaugenden Gas(Luft)-Moleküle. Der Endtotaldruck wird durch den Dampfdruck des Wassers und damit durch die Wassertemperatur bestimmt. Das Saugvermögen ist dagegen vom Druck in der Wasserleitung abhängig.

Da beim Absinken des Wasserdrucks das Wasser in die evakuierte Apparatur steigen kann, enthalten viele Wasserstrahlpumpen ein Rückschlagventil.



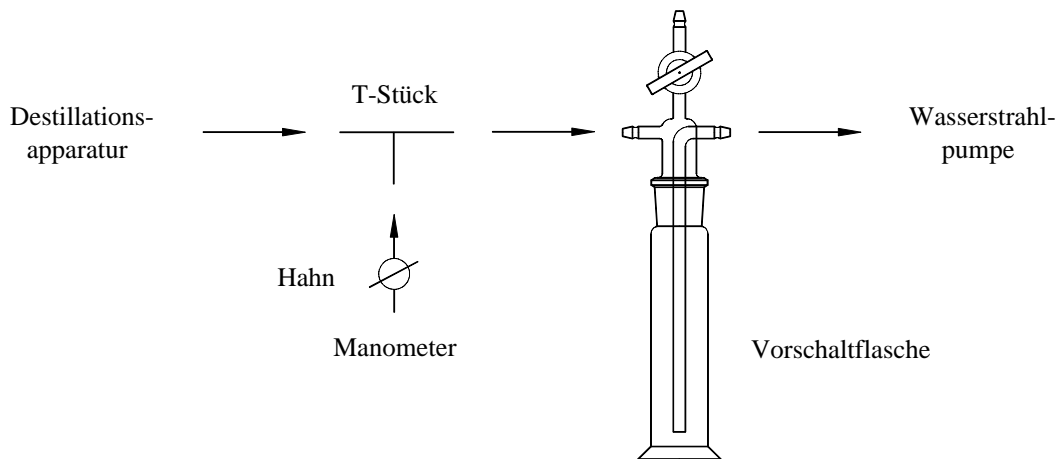
Vorteile gegenüber der Membranpumpe:

- Niedrige Anschaffungskosten
- Geringe Wartungskosten

Nachteile:

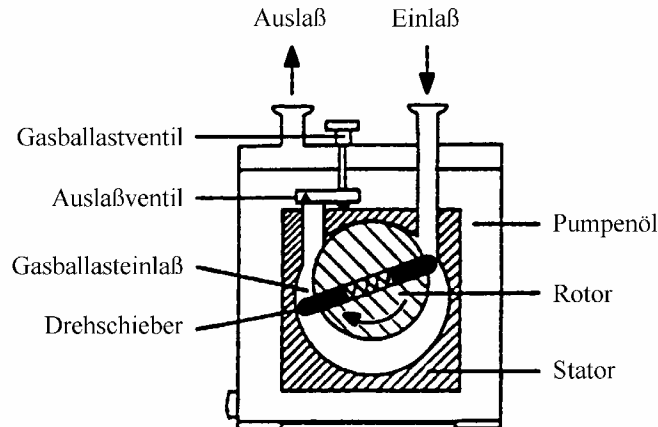
- Geringes Saugvermögen
- Temperaturabhängiges Endvakuum
- Hohe Betriebskosten durch den enormen Wasserverbrauch
- Abwasserbelastung durch mitgerissene Lösungsmitteldämpfe

Bei einer Destillation im Wasserstrahlvakuum wird die Vorschaltflasche so eingebaut, dass aus der Pumpe kein Wasser in die Apparatur und in das Manometer gelangen kann:



Ölpumpen

Drehschieber-Ölpumpen bestehen aus einem zylindrischen Gehäuse, in dem sich ein exzentrisch gelagerter Rotor dreht. Im Rotorschlitz befinden sich zwei durch Federkraft auseinandergedrückte Schieber, die an der Gehäusewand entlanggleiten. Der Schöpfraum wird so durch die Drehung des Rotors mit den Schiebern aufgrund der exzentrischen Anordnung kleiner, und die eingeschlossenen Gase und Dämpfe werden komprimiert. Sie werden durch das Auslassventil abgeleitet. Je nach Zahl der Pumpkammern spricht man von ein- oder zweistufigen Drehschieberpumpen.



Die Destillationsapparatur wird mit einem Vakuumschlauch an den Ölpumpenstand angeschlossen, der aus der Ölpumpe und dem Glasteil (Kühlfallen, Belüftungshahn) besteht. Man darf erst dann Apparaturen evakuieren, wenn die Ölpumpe ihre Betriebstemperatur erreicht hat. Die Belüftung der Apparatur erfolgt über den Belüftungshahn am Glasteil der Pumpe.

Um zu vermeiden, dass das Vakuum in der Apparatur schlechter ist, als der Saugleistung der Pumpe (dem Endtotaldruck) entspricht, das Pumpenöl verschmutzt wird und die Pumpe durch aggressive Gase korrodiert, baut man zwischen Destillationsapparatur und Ölpumpe Kühlfallen ein, die mit flüssigem Stickstoff (-196 °C) gekühlt werden. Durch verunreinigtes Öl wird nämlich die Pumpe unbrauchbar; das optimale Vakuum wird erst nach einem Ölwechsel wieder erreicht! Damit nicht größere Mengen leicht flüchtiger Substanzen in die Kühlfallen gelangen, muss das Destillationsgut vorher im Membranpumpen-Vakuum bis zu einer Badtemperatur von 100 °C erhitzt werden.

Nach jeder Ölpumpen-Destillation sind die Kühlfallen sofort zu reinigen und zu trocknen!

Allgemeine Hinweise und Ratschläge

Herstellung von Siedekapillaren für die Vakuumdestillation:

- Ein Glaskapillarrohr aus Duran (Innendurchmesser ca. 0.5 – 1.5 mm, Außendurchmesser ca. 6 – 7 mm) wird in der Mitte unter Drehen in der entleuchteten Gebläseflamme in einer Breite von 1 – 2 cm zur hellen Rotglut erhitzt, dann wird es aus der Flamme genommen und sofort zu einer haarfeinen Kapillare ausgezogen. Verwendet man ein Glaskapillarrohr aus leichtschmelzendem Glas (z.B. Jenaer Glas) genügt ein Bunsenbrenner zum Erhitzen.
Man stellt an der Destillationsapparatur die benötigte Länge der Kapillare fest (sie sollte bis zum Boden des Destillationskolben reichen), breche sie ab und prüfe ihre Durchlässigkeit. Eingetaucht in ein organisches Lösungsmittel niedriger Viskosität, z.B. Diethylether, soll die Kapillare durch kräftiges Blasen winzige Luftbläschen herauslassen.

Vor jeder Vakuumdestillation prüfe man den Druck, den die Pumpe allein und die Pumpe mit der angeschlossenen Destillationsapparatur (bei Raumtemperatur) liefert. Wird bei angeschlossener Apparatur der von der Pumpe allein erzielte Druck nach einiger Zeit (10 min) nicht erreicht, muss man die Apparatur auf Undichtigkeiten prüfen (die Schliffverbindungen müssen klar und leicht beweglich sein, sonst muss nachgefettet werden).

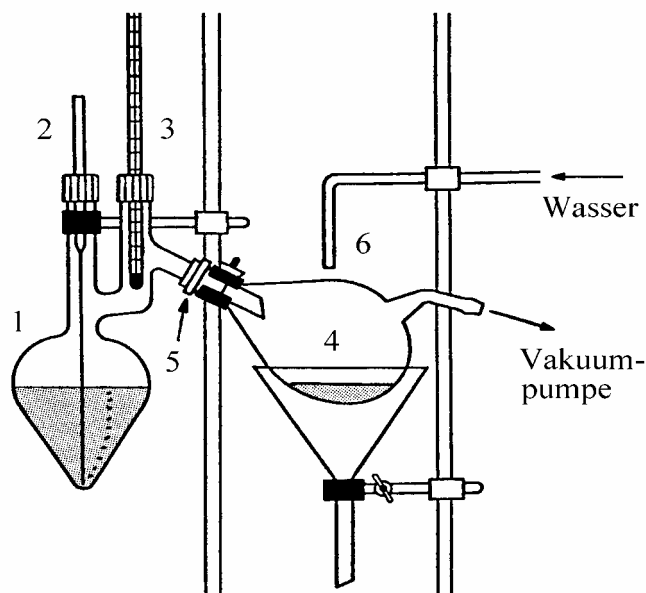
Ein schlechtes Vakuum kann auch durch Reste leicht flüchtiger Lösungsmittel verursacht werden. In diesem Fall wird das volle Vakuum erst erreicht, wenn alle leicht flüchtigen Substanzen entfernt sind.

Das Destillationsgut darf man erst nach vorsichtigem Anlegen des Vakuums erhitzen. Evakuiert man eine heiße Apparatur, ist mit plötzlichem, heftigen Sieden und einem dadurch verursachten Überschäumen des Destillationsguts zu rechnen!

Der Hahn zum Manometer darf nur zur Druckmessung geöffnet werden. Aggressive Gase können die Vakuummessgeräte zerstören.

DESTILLATION FESTER SUBSTANZEN

Auch Feststoffe lassen sich destillieren, wenn ihre Schmelzpunkte nicht zu hoch liegen. Da aber die Gefahr besteht, dass diese Produkte im Kühler kristallisieren und die Apparatur verstopfen, muss mit speziellen Destillationsapparaturen gearbeitet werden. Man verwendet folgende Apparatur, die auch für die Destillation hochviskoser Substanzen geeignet ist:

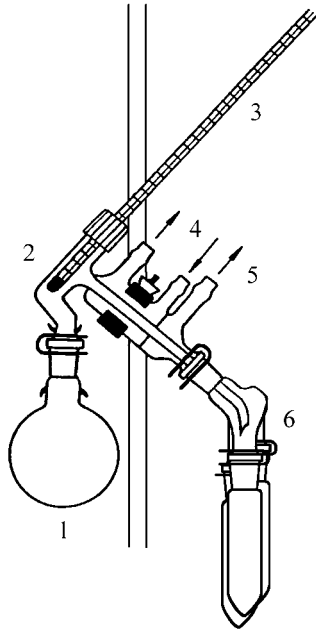


- 1 Spitzkolben (Mindestgröße ca. 10 ml) mit angeschmolzenem Claisenaufsatz und seitlich absteigendem Rohr für das Destillat (Durchmesser ca. 10 mm, Länge ca. 5 cm)
- 2 Siedekapillare
- 3 Thermometer
- 4 Vorlagekolben mit Vakuumanschluss und einer "Nichtschlifföffnung" (5) von der Größe eines NS-14.5-Schliffs. Der vakuumdichte Anschlussring an die Destillationsapparatur wird mit einem Stück weichem Vakuumschlauch oder einem durchbohrten Gummistopfen als Dichtungsring hergestellt. Die Siedekapillare und das Thermometer werden mit einem Schraubverschluss an der Apparatur befestigt.
- 6 Die Vorlage wird mit Wasser gekühlt, das über den Kolben strömt und mit einem Trichter abgeleitet wird.

SPEZIELLE DESTILLATIONSAPPARATUREN

Kleine Destillationsapparatur zur Destillation bei Normaldruck und im Vakuum

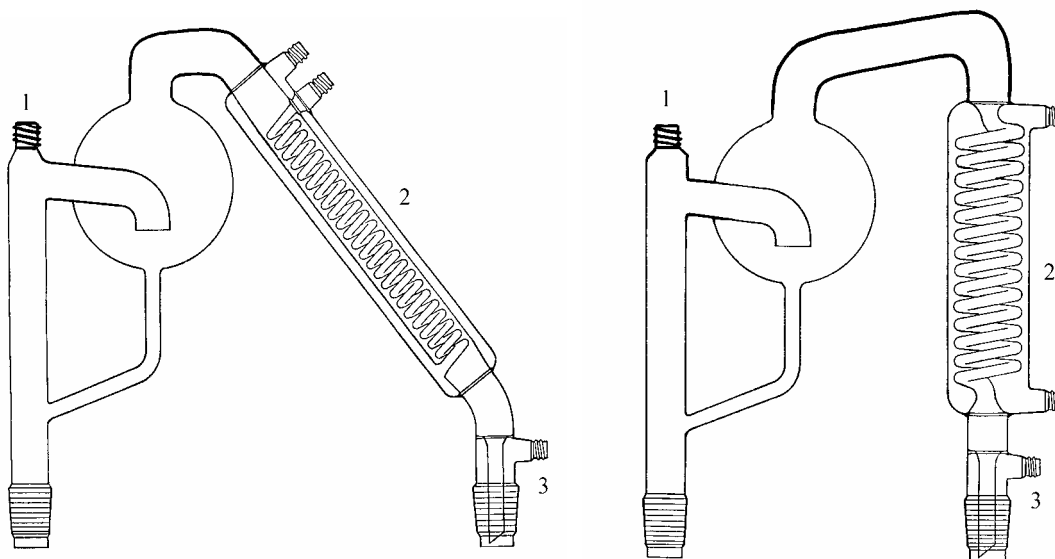
Diese Apparatur ist bei Mengen von etwa 5 – 80 ml empfehlenswert. Sie zeichnet sich durch sehr kurze Wege für Dampf und Kondensat aus, wodurch Substanzverluste und das Vermischen verschiedener Fraktionen vermieden werden. Da keine Siedekapillare eingeführt werden kann, muss im Vakuum ein Magnetührstab und Magnetprüher verwendet werden.



- 1 Destillationskolben NS 14.5 (10 – 100 ml)
- 2 Destillationsaufsatz mit angeschmolzenem Kühler und Schraubgewinde für die Befestigung des Thermometers
- 3 Thermometer
- 4 Wasserkühlung
- 5 Vakuumschlauch
- 6 Spinne mit 3 Vorlagen für kleine Mengen (NS 14.5); wenn verschiedene Fraktionen nicht zu erwarten sind, kann man statt der Spinne direkt einen Kolben (NS 14.5) als Vorlage anschließen.

Spezialaufsätze zur Wasserdampfdestillation und zur Destillation großer Flüssigkeitsmengen und schäumender Flüssigkeiten

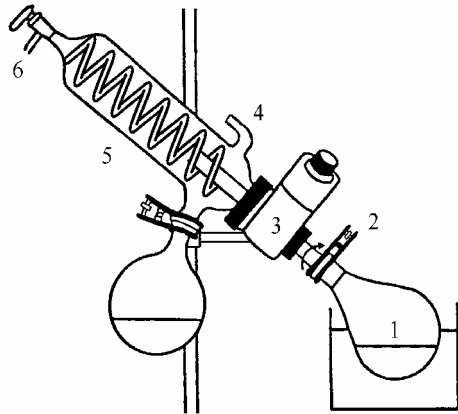
Zur raschen Destillation größerer Mengen – auch im Vakuum – eignen sich die abgebildeten Destillationsaufsätze. Man verwendet sie außerdem für die Destillation schäumender Flüssigkeiten und großer Wassermengen bei der Wasserdampfdestillation.



- 1 Schraubgewinde für die Befestigung des Thermometers
- 2 Kühler
- 3 angeschmolzener Vorstoß

Rotationsverdampfer

Der Rotationsverdampfer wird eingesetzt, wenn man Lösungsmittel (50 ml bis mehrere Liter) rasch und schonend bei erniedrigtem Druck (bis etwa 10 hPa) destillieren will.



- 1 Destillationskolben im Wasserbad
- 2 Schraubklammer
- 3 Regelbarer Rotationsantrieb
- 4 Vakuumschlauch
- 5 Kühler
- 6 Belüftungshahn. Der Hahn kann mit einem langen Einlassrohr versehen sein, das fast bis in den Destillationskolben reicht. Damit kann Lösung während der Destillation zugeführt werden.

Durch Rotation des Destillationskolbens wird die Kolbenwand benetzt, die Flüssigkeitsoberfläche vergrößert und außerdem laufend erneuert. Gleichzeitig werden Siedeverzüge vermieden.

Die hohe Verdampfungsgeschwindigkeit führt zu Gefahren, auf die unbedingt zu achten ist:

- Das destillierende Lösungsmittel wird nicht mehr vollständig kondensiert.
- Das Produkt kann mit verdampfen, wenn sein Siedepunkt geringer als ca. 160 °C/1013 hPa ist (Ausbeuteverminderung!).
- Wenn sehr viel Lösungsmittel destilliert werden muss, ist ebenfalls mit deutlichen Verlusten zu rechnen.
- Bei stark spritzenden oder schäumenden Lösungen destilliert man nur kleine Flüssigkeitsmengen, die man durch den Einlass (6) kontinuierlich aus einem Vorratsgefäß zieht. Statt dessen kann man auch zwischen Rotationsverdampfer und Destillationskolben einen Tropfenfänger anbringen (siehe S. 32).

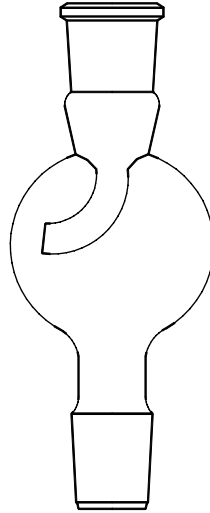
Durchführung einer Destillation am Rotationsverdampfer

1. Befestigen Sie den Destillationskolben (1) am Rotationsverdampfer mit der Schraubklammer (2).
2. Senken Sie den Destillationskolben in das Wasserbad.
3. Stellen Sie das Kühlwasser an (Kühlwassertemperatur maximal 20 °C) und kontrollieren Sie regelmäßig den Wasserfluss mit einem "Wasserwächter".
4. Schalten Sie den Rotationsantrieb (3) ein.
5. Um einen Siedepunkt von ca. 40 °C zu erreichen, wählen Sie das Vakuum aus der folgenden Tabelle.
6. Erhitzen Sie das Wasserbad auf ca. 60 °C. Wenn das Produkt aber wärmeempfindlich ist, wählen Sie eine niedrigere Badtemperatur und entsprechend einen niedrigeren Druck.
7. Nach der Destillation dürfen Sie nicht vergessen, das destillierte Lösungsmittel zu entsorgen!

Lösungsmittel	Vakuum [hPa] für Sdp. bei ca. 40 °C
Aceton	556
<i>tert</i> -Butylmethylether	300
Chlorbenzol	36
Cyclohexan	235
Diethylether	Normaldruck
Ethanol	175
Essigsäure-ethylester	240
2-Propanol	137
Tetrahydrofuran	357
Toluol	77
Wasser	72

Tropfenfänger

Zur Destillation stark schäumender Verbindungen verwendet man bei großen Mengen einen der auf S. 29 abgebildeten Spezialaufsätze. Bei kleinen Mengen ist es ratsam, einen Tropfenfänger (NS 29 oder NS14.5) auf den Destillationskolben zu setzen. Dessen Kugel dient wie bei den Spezialaufätzen zur Expansion des Dampfes und zur Zerstörung des Schaums.



DESTILLATION AZEOTROPER GEMISCHE

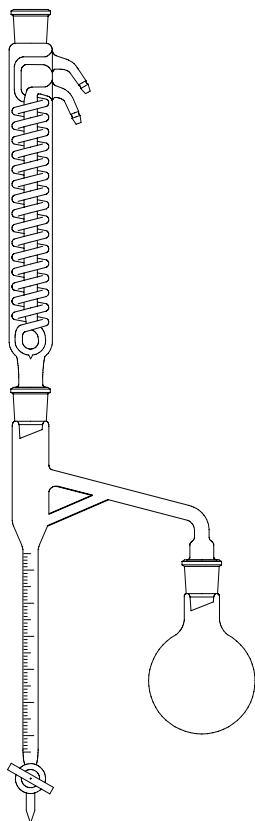
Der Siedepunkt eines azeotropen Gemischs liegt unterhalb des Siedepunkts der leichter flüchtigen Komponente. Bei den wichtigsten praktischen Beispielen ist eine der beiden Komponenten Wasser. Azeotrope Gemische mit Wasser:

Komponenten	Sdp. [°C] Lösungsmittel	Sdp. [°C] Azeotro- p	Wassergehalt [%] im Azeotrop
Wasser/ <i>tert</i> -Butylmethylether	55	53	4
Wasser/Cyclohexan	81	70	9
Wasser/Toluol	111	85	20

Die Destillation azeotroper Gemische mit Wasser wird genutzt:

- zur Entfernung von Wasser aus einer Reaktionsmischung
- zur Wasserdampfdestillation
- zur Trocknung von Lösungsmitteln (z.B. Toluol, [siehe Kapitel 4](#)).

Kontinuierliche Entfernung von Wasser aus einem Reaktionsgemisch durch azeotrope Destillation



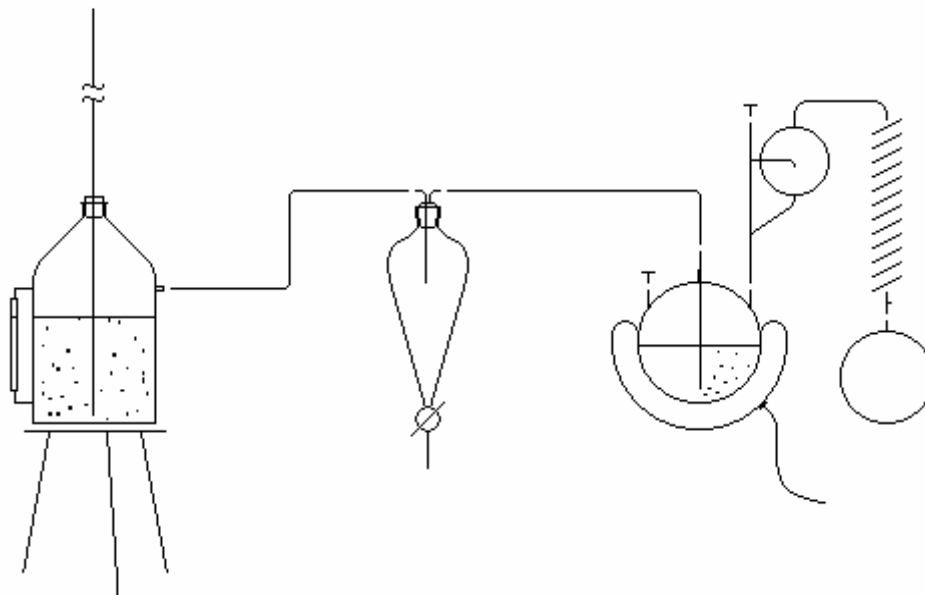
Bei zahlreichen Gleichgewichtsreaktionen (z.B. Veresterung, Acetal- bzw. Ketalbildung, Enaminbildung) entsteht während der Reaktion Wasser, das zur "Verschiebung des Gleichgewichts" kontinuierlich entfernt werden muss. Das geschieht am einfachsten mit den oben aufgeführten Azeotropen unter Verwendung eines Wasserabscheiders.

Das aus dem Rundkolben verdampfende Azeotrop wird im Rückflusskühler kondensiert und tropft in das graduierte Trennrohr des Wasserabscheiders. Das spezifisch schwerere Wasser setzt sich ab und das Lösungsmittel fließt in den Kolben zurück. Die Graduierung erlaubt die Messung der Wassermenge und damit die Verfolgung des Reaktionsverlaufs.

Wasserdampfdestillation

Bei der Wasserdampfdestillation gehen Wasser und organische Verbindung in einem konstanten Verhältnis über. Man kann diese Methode nutzen, um *mit Wasser nicht mischbare* Substanzen auf sehr schonende Weise zu reinigen (Voraussetzung: Dampfdruck der Verbindung bei $100\text{ °C} > 10\text{ hPa}$).

Man kann die destillierte Menge Substanz pro Zeiteinheit steigern, wenn man eine möglichst große Wassermenge destilliert. Das erreicht man, indem man nicht nur das Substanz/Wasser-Gemisch auf 100 °C erhitzt, sondern zusätzlich Wasserdampf in den Destillationskolben leitet. Der Wasserdampf wird in speziellen Dampfgeneratoren erzeugt.



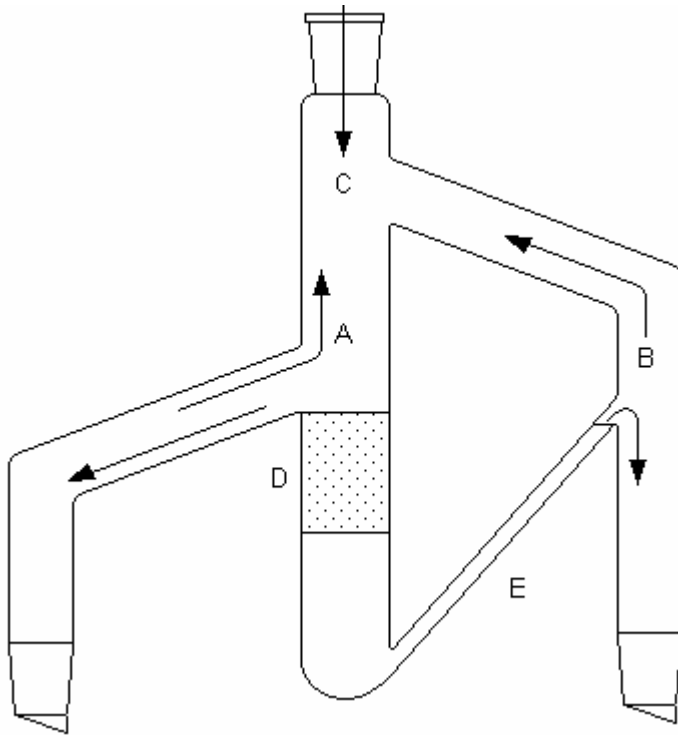
Aufbau der Wasserdampfdestillationsapparatur (von links nach rechts):

- Wasserdampf-Generator aus Kupfer mit Steigrohr (Länge ca. 1.5 m) und Wasserstandsanzeiger. Als Heizquelle dienen zwei oder drei Bunsenbrenner.
- Scheidetrichter zur Abtrennung von Kondenswasser und mitgerissenem Wasser
- Dreihalskolben mit dem Destillationsgut in wässriger Suspension (Emulsion). Als Heizquelle verwendet man eine elektrische Heizhaube (dreistufigen Temperaturregler auf Stufe 2 stellen). Notfalls kann man auch eine elektrische Heizplatte mit Ölbad verwenden, das auf $120 - 130\text{ °C}$ erhitzt wird.
- Spezial-Destillationsaufsatz mit Vorlage.

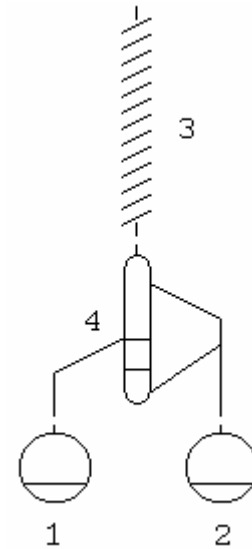
Der Spezial-Destillationsaufsatz (siehe S. 30) wurde an der Universität Würzburg entwickelt und ersetzt die früher verwendete aufwendige Apparatur mit hintereinander geschaltetem Claisen- und Intensivküler.

Aus dem erkalteten Wasserdampfdestillat werden kristalline Verbindungen durch Filtration isoliert. Flüssige Produkte werden im Scheidetrichter abgetrennt oder mit einem Lösungsmittel extrahiert.

Wasserdampfdestillation unter gleichzeitiger Extraktion des Produkts mit einem leichteren organischen Lösungsmittel



- A Organisches Lösungsmittel
- B Wasserdampf und Substanz
- C Kondensat (Wasser, Substanz, organisches Lösungsmittel)
- D Organisches Lösungsmittel und Substanz
- E Wasser



- 1 Organisches Lösungsmittel
- 2 Wasser und zu isolierende Substanz
- 3 Rückflusskühler
- 4 Phasenteiler

Man erhitzt das Wasser in Kolben 2 zum Sieden, hier findet die Wasserdampfdestillation statt. Gleichzeitig wird das organische Lösungsmittel zum Sieden erhitzt. Nach der gemeinsamen Kondensation der Dämpfe extrahiert das organische Lösungsmittel die durch den Wasserdampf mitgeführte Substanz. Im Phasenteiler werden die organische Lösung des Produkts und die Wasserphase getrennt und in die Kolben 1 und 2 zurückgeführt.

Vorteile der kontinuierlichen Arbeitsweise gegenüber der üblichen Wasserdampfdestillation:

- Man kann auf das Einleiten von Wasserdampf verzichten.
- Man kommt mit einem geringen Wasservolumen aus.
- Das Produkt muss nicht mehr ausgeschüttelt werden.

DESTILLATION UNBEKANNTER GEMISCHE

Ein unbekanntes Gemisch destilliert man zunächst bei *Normaldruck* bis zu einer Badtemperatur von etwa 100 – 150 °C. Dann entfernt man das Heizbad und nimmt das Destillat ab.

Den abgekühlten Rückstand destilliert man im *Membranpumpenvakuum* (Siedekapillare oder Magnetrührer, Spinne); evtl. muss man den Rückstand vorher in einen kleineren Kolben überführen. Man destilliert bis zu einer Badtemperatur von etwa 150 °C; das Destillat wird erneut abgenommen.

Den Rückstand destilliert man nach Abkühlen im *Ölpumpenvakuum*.

Nur bei dieser Arbeitsweise lässt sich vermeiden, dass im Membranpumpen- oder Ölpumpenvakuum leicht flüchtige Substanzen bei der Destillation verlorengehen.

Bei thermisch unbeständigen Substanzen muss der Siedepunkt durch Wahl eines geeigneten Drucks entsprechend gesenkt werden.

Wenn die Gefahr besteht, dass sich die Komponenten eines Gemisches bei längerem Destillieren umwandeln oder zersetzen, kann man das gesamte Gemisch im Vakuum destillieren, ohne auf eine Trennung zu achten. Die Vorlage muss man dann mit Aceton/Trockeneis oder mit flüssigem Stickstoff kühlen, damit die leicht flüchtigen Komponenten nicht verlorengehen.