Schulungsunterlagen Destillation mit Rotationsverdampfer

Inhaltsverzeichnis

1	**Einleitung**
2	**Was ist ein Rotationsverdampfer?**
3	**Wahl des richtigen Rotationsverdampfers**
3.1	**Rotavapor®-Typen**
3.2.1	**Heizbad**
3.2.2	**Wärmeträger**
3.3.1	**Glasaufbauten**
3.3.2	**Rotationsverdampfer RE oder EL?**
3.4	**Spezielles Zubehör**
4	**Arbeiten mit dem Rotationsverdampfer**
4.1	**Heizen/Kühlen**
4.2	**Druckregelung**
4.3	**Verdampferkolben und Rotation**
5	**Die thermische Pumpe**
6	**Wie vorgehen beim Destillieren**
7	**Fachbegriffe**

60 YEARS BÜCHI **Progress built on tradition**

Copyright© Rosemary Högger; **BÜCHI** Labortechnik AG 1998

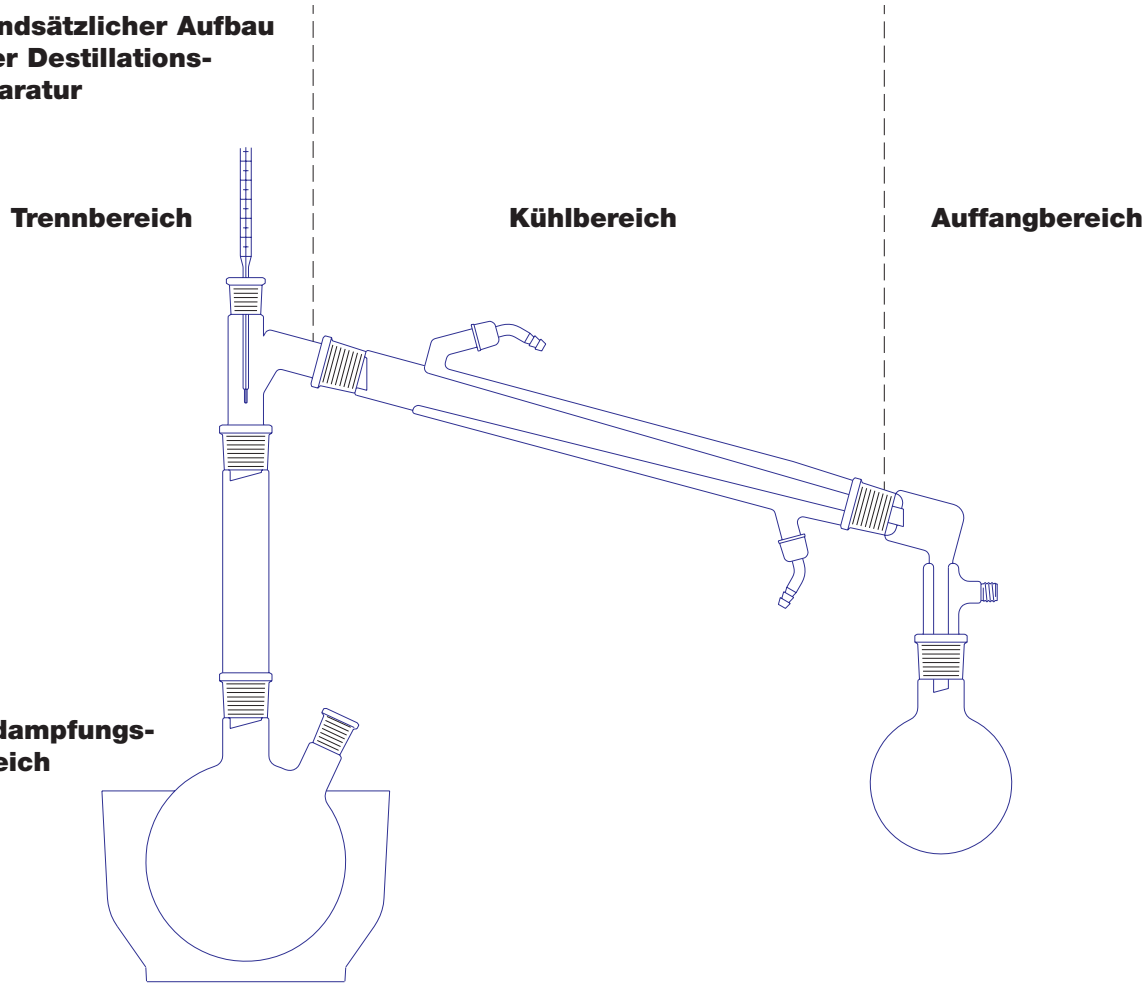
Deutsch, Version B (16 Seiten) **Bestell Nr.**

Destillation mit Rotationsverdampfer **97742**

1 Einleitung

Von den Anfängen der Alchemisten1 bis hin zur modernen Forschung haben sich die Grundsätze der einfachen Labor-Destillations-Aufbauten nur wenig verändert.

Grundsätzlicher Aufbau einer Destillations-apparatur



Verdampfungsbereich Hier wird die Mischung eingefüllt und über eine Heizung zum Verdampfen gebracht.

Trennbereich, Fraktionierteil Hier geschieht die eigentliche Trennung zwischen Lösungsmittel und nicht flüchtigen beziehungsweise schwer flüchtigen Bestandteilen.

Kühlbereich, Kondensationsteil War ursprünglich nur notwendig, wenn das Destillat weiter Verwendung fand. Heute wird aus Umweltschutzgründen auf eine möglichst vollständige Kondensation Wert gelegt.

Auffangteil Hier werden die verschiedenen Kondensate aufgefangen.

2 Was ist ein Rotationsverdampfer?

Ein Rotationsverdampfer ist ein speziell entwickeltes Gerät zum schonenden Eindampfen von Lösungsmittel (Einstufen- oder Geradeausdestillation). Als Verdampferelement dient ein Heizbad mit rotierendem Kolben, in der die Flüssigkeit als dünner Film auf den heissen Wandflächen verteilt wird und leicht verdunsten kann. Die Verdampferleistung wird durch Heizbadtemperatur, Kolbengrösse, Destillationsdruck und Rotationsgeschwindigkeit reguliert.

Funktionsprinzip Rotationsverdampfer

Verdampfungsbereich

Das Lösungsmittel wird über dem Heizbad erwärmt.Im rotierenden Verdampferkolben bildet sich ein dünner Lösungsmittelfilm an der Kolbeninnenfläche, was eine höhere Verdampfungsrate zur Folge hat. Die Rotation bewirkt auch ein gleichmässiges Durchmischen der Probe und verhindert dadurch eine stationäre Überhitzung im Kolben.

Rotationsantrieb

Das Antriebsaggregat sorgt für eine gleichmässige Rotation des Verdampferkolbens mit den sich daraus ergebenden Vorteilen (siehe oben).

Kühlbereich

Der Lösungsmitteldampf strömt unter hoher Geschwindigkeit in die Kondensationszone des Rotationsverdampfers, den Kühler. Hier wird die Energie, die im Lösungsmitteldampf ist, an das Kühlmedium (meistens Wasser) abgegeben, und das Lösungsmittel kondensiert.Durch die Schwerkraft fliesst nun das auskondensierte Lösungsmittel in den Auffangkolben.

Auffangkolben

Der Auffangkolben dient zum Auffangen des kondensierten Lösungsmittels.

Vakuum

Das Vakuum dient zur Senkung der Siedetemperatur und somit der Leistungssteigerung der Destillation.

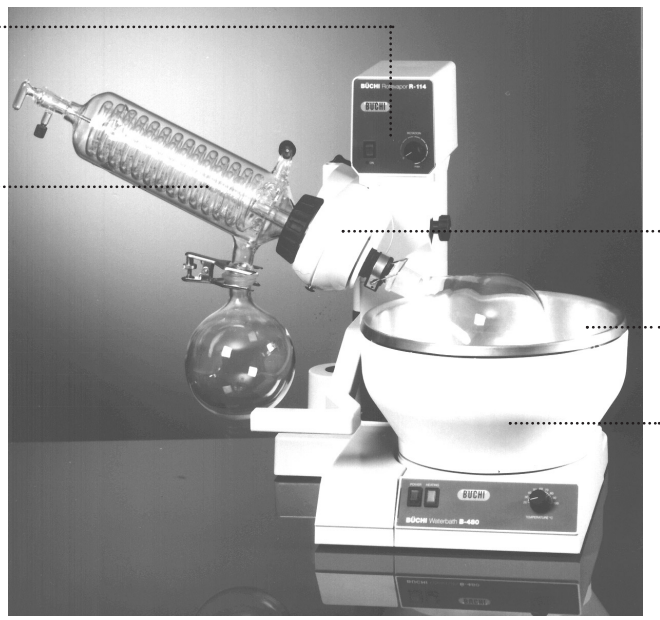
Vorteile des Rotationsverdampfers (gegenüber statischen Apparaturen)

Mit einem Vakuum-Rotationsverdampfer werden einstufige Destillationen schnell und schonend durchgeführt. Der Rotationsverdampfer hat eine etwa 4-fache Verdampferleistung einer herkömmlichen, statischen Destillationsapparatur.
Durch die Rotation des Verdampferkolbens wird der Wärmeübergang sowohl im Heizbad als auch im Kolbeninneren wesentlich verbessert. Im Kolbeninneren wird die Oberfläche durch die Rotation deutlich vergrössert, was das Verdampfen erleichtert. Dank der kurzen Verweilzeit der Flüssigkeit an einer bestimmten Stelle der Kolbenwand ist eine schonende Destillation gewährleistet (keine Überhitzung, keine Verkrustung).
Siedeverzüge und Schaumbildung werden durch die Rotation stark vermindert.

Einsatz des Rotationsverdampfers:

- Abdestillieren von Lösungsmittel
- Eindampfen von Lösungen und Suspensionen[2]
- Umkristallisation[3] oder Auskristallisation
- Synthese[4] und Reinigung von Feinchemikalien
- Soxhlet-Extraktion[5]
- Pulver- und Granulattrocknung
- Aufkonzentrieren von Lösungen
- Recycling von Lösungsmittel

3 Wahl des richtigen Rotationsverdampfers



3.1 Rotavapor®-Typen

R-114

Das ist die kostengünstigste Variante für die alltägliche Routinearbeit. Die Rotation und die Badtemperatur können individuell eingestellt werden.

R-124

Für Anwender, die gerne etwas mehr Information über ihre Destillationsprozesse haben möchten. Die Drehzahl wird angezeigt, und mit einer zusätzlichen Sonde kann die Bad- oder Dampftemperatur abgelesen werden. Diese Parameter sind wichtig für die Reproduzierbarkeit und für das Ermitteln der optimalen Arbeitsbedingungen.

R-134

In diesem Rotationsverdampfer ist zusätzlich zu den Funktionen des R-124 ein Vacuum Controller eingebaut. Durch die Wahl des Solldrucks können optimale Destillationsbedingungen festgelegt werden. Zur Überwachung der Destillation ist es jederzeit möglich, wahlweise den Druck, die Temperatur oder die Drehzahl des Kolbens im Display anzuzeigen. Der Vacuum Controller hält den eingestellten Druckbereich automatisch konstant. Er reduziert kostspielige Überwachungs- und Bedienungszeiten auf ein Minimum und senkt durch stabile Druckverhältnisse die Gefahr des Schäumens oder Siedeverzugs. Das lösungsmittelspezifisch gewählte Vakuum ermöglicht eine fast 100 %ige Kondensation im Kühler. Dadurch wird die Lösungsmittelmenge im Abwasser massiv gesenkt.

R-144

Der R-144 hat die gleichen Vorteile wie der R-134. Zusammen mit der Dual Temperatursonde ist die vollautomatische Destillation perfekt. Die Druckverhältnisse werden entsprechend dem jeweiligen Lösungsmittel automatisch bestimmt. Während der Destillation sind natürlich jederzeit die aktuellen Werte von Druck, Temperatur und Rotation im Display abrufbar.

3.2.1 Heizbad

Um den Verdampferkolben aufheizen zu können, benötigt man ein Heizbad. Die Büchi-Heizbäder können Kolben von einer Grösse von 50 ml - 3000 ml aufnehmen, ohne verschoben zu werden. Der Badinhalt beträgt 5 Liter. Die Heizung ist nicht sichtbar unterhalb der Pfanne eingebaut. Somit ist eine gute Reinigung des Bades gewährleistet. Die Kunststoffverkleidung des Bades dient als Berührungsschutz. Die Wasserbäder gibt es in zwei Ausführungen; mit aktueller Temperaturanzeige B-481 oder ohne Temperaturanzeige B-480. Wird im Wasserbad entsalztes oder destilliertes Wasser verwendet, muss diesem 0,2% Borax ($Na_2B_4O_7$ x 10 H_2O) zugegeben werden.

Frontplatten

B-480

B-481

B-485

3.2.2 Wärmeträger

Je nach Anwendungsbereich ist es erforderlich, ein Ölbad zu verwenden. Liegen die Siedepunkte unter 160 °C (bei Normaldruck), so ist es aus vielerlei Sicht besser, mit einem Wasserbad zu heizen.

Vorteile Wasserbad:

- Hohe spezifische Wärmekapazität = hohe Leistung
- Gute Wärmeverteilung
- Giftklassenfrei
- Schnell verfügbar
- Sauber, Gefässwände sind leicht zu reinigen
- Unfallgefahr gering

Ist der Einsatz eines Ölbades unumgänglich, so ist die Wahl des Öles (Polyethylenglykol, Silikonöl, Carbowax, Bäderöl) sehr wichtig.

Einige Kriterien, die zu beachten sind:

- Viskosität[6]
- Wasserlöslichkeit
- Polymerisation[7] des Öls bei höherenTemperaturen
- Giftige Dämpfe
- Öliger Niederschlag auf die Umgebung
- Unfallgefahr (hohe Temperatur)
- Brennbarkeit
- Preis

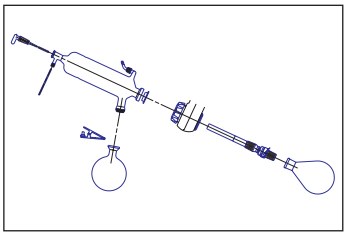
Büchi empfiehlt wasserlösliches Polyethylenglykol (PEG)

3.3.1 Glasaufbauten

Um eine optimale Leistung (Durchsatz, Trennleistung) zu erhalten, stehen diverse Glasaufbauten zur Verfügung.

Glasaufbau A (Dichtsystem RE)

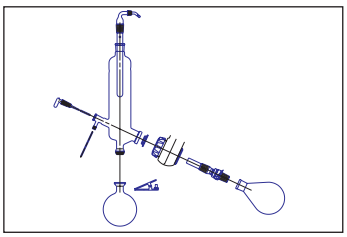
Für einfache Destillationen mit hohem Durchsatz ist der Diagonalkühler sehr gut geeignet. Es ist die preisgünstigste Variante, die aber einen etwas höheren Platzbedarf benötigt.



Geeignet für:
- Abdestillieren von Lösungsmittel
- Eindampfen von Lösungen und Suspensionen
- Pulver- und Granulattrocknung
- Einleiten von Kristallisationsprozessen

Glasaufbau V (Dichtsystem RE)

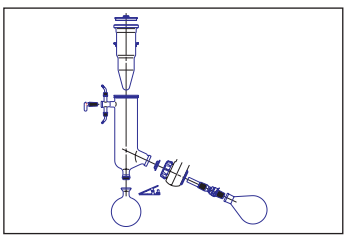
Die vertikale Bauweise ist platzsparend. Der Glasaufbau V ist sehr gut geeignet für einfache Destillationen; gleich wie der Glasaufbau A.



Geeignet für:
- Abdestillieren von Lösungsmittel
- Eindampfen von Lösungen und Suspensionen
- Pulver- und Granulattrocknung
- Einleiten von Kristallisationsprozessen

Glasaufbau C (Dichtsystem RE)

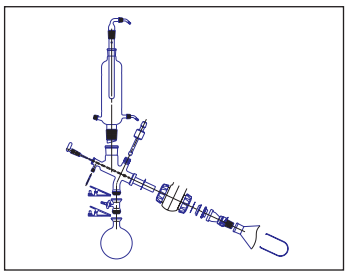
Anstelle eines Wasserkühlers wird über eine Kühlfalle gekühlt, die sehr tiefe Ausfriertemperaturen ermöglicht. Damit können auch extrem flüchtige und tiefsiedende Lösungsmittel wie Chloroform oder Dichlormethan vollständig kondensiert werden. Die Kühlfalle kann mit den gängigen Kühlmischungen wie Trockeneis/Aceton (-70°C) oder Eis/Kochsalz (-20°C) sowie auch mit flüssigem Stickstoff (ca. -190 °C) gefüllt werden. Dadurch können auch Sublimationen durchgeführt werden.



Geeignet für:
- Abdestillieren von Lösungsmittel
- Eindampfen von Lösungen und Suspensionen
- Pulver- und Granulattrocknung
- Einleiten von Kristallisationsprozessen
- Sublimationen

Glasaufbau S (Dichtsystem EL)

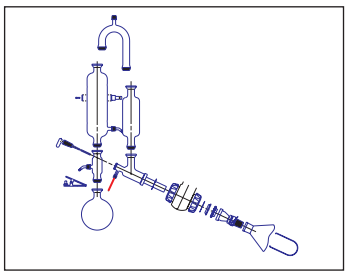
Dieser Aufbau eignet sich ideal für Rückflussreaktionen und zur Destillation hochsiedender Lösungsmittel wie Toluol und Wasser. Mit einem Soxhlet-Aufsatz sind Fest/Flüssig-Extraktionen durchführbar. Diese Bauweise ist universell einsetzbar.



Geeignet für:
- Abdestillieren von Lösungsmittel
- Eindampfen von Lösungen und Suspensionen
- Pulver- und Granulattrocknung
- Einleitung von Kristallisationsprozessen
- Extraktionen
- Synthese und Reinigung von Feinchemikalien

Glasaufbau E (Dichtsystem EL)

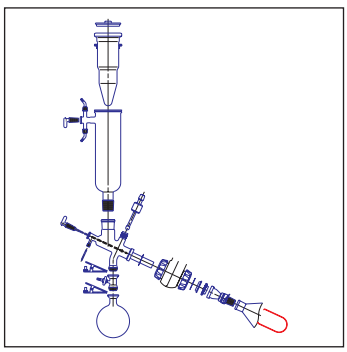
Der absteigende Glasaufbau eignet sich besonders zur Destillation von Lösungsmittel mit tiefer Verdampfungswärme, stark schäumender Produkte sowie zur Lösungsmittel-Rückgewinnung. Das Expansionsgefäss wirkt zudem als Puffer bei schäumenden Proben. Für eine bessere Trennleistung kann das Expansionsgefäss mit Füllkörpern (z.B. Raschigringe®) beschickt werden.



Geeignet für:
- Abdestillieren von Lösungsmittel
- Eindampfen von Lösungen und Suspensionen
- Pulver- und Granulattrocknung
- Einleiten von Kristallisationsprozessen
- Reinigung von Feinchemikalien, bessere Trennleistung

Glasaufbau CR (Dichtsystem EL)

Mit diesem Aufbau können auch Rückflussreaktionen durchgeführt werden. Die Kühlfalle erlaubt sehr tiefe Ausfriertemperaturen. Damit können auch extrem flüchtige und tiefsiedende Lösungsmittel wie Chloroform oder Dichlormethan vollständig kondensiert werden. Die Kühlfalle benötigt kein fliessendes Wasser ⟶ wassersparend. Sie kann mit den gängigen Kühlmischungen wie Trockeneis/Aceton (-70°C) oder Eis/Kochsalz (-20°C) sowie auch mit flüssigem Stickstoff (ca. -190 °C) gefüllt werden. Dank der tiefen Ausfriertemperaturen können Sublimationen durchgeführt werden.

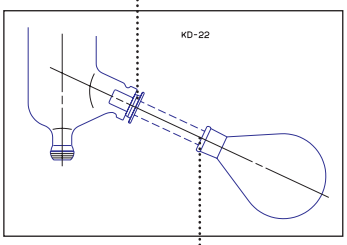


Geeignet für:
- Abdestillieren von Lösungsmittel
- Eindampfen von Lösungen und Suspensionen
- Pulver- und Granulattrocknung
- Einleiten von Kristallisationsprozessen
- Synthese und Reinigung von Feinchemikalien
- Extraktionen
- Sublimationen

3.3.2 Rotationsverdampfer RE oder EL?

Durch den Glasaufbau ergibt sich das Dichtsystem automatisch.

KD-22 Dichtung stationär

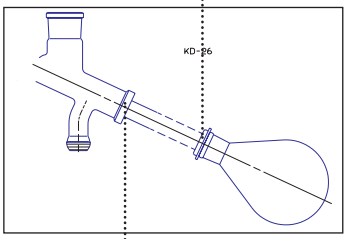


Dampfdurchführungsrohr rotiert

RE:
Beim RE-Dichtsystem ist die Dichtung (KD-22) stationär und das Dampfdurchführungsrohr dreht sich.
Bestimmt für die Glasaufbauten A, V und C

Eigenschaften:
- Keine Arbeiten unter Rückfluss möglich
- Dichtung auf der Kühlerseite
- Keine Verwendung von Flanschverdampferkolben

KD-26 Dichtung rotiert



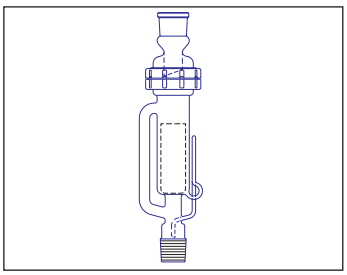
Dampfdurchführungsrohr stationär

EL:
Beim EL-Dichtsystem ist das Dampfdurchführungsrohr stationär, und die Dichtung (KD-26) dreht sich um das Dampfdurchführungsrohr.
Bestimmt für die Glasaufbauten S, E und CR.

Eigenschaften:
- Arbeiten unter Rückfluss möglich mit Glasaufbau S und CR
- Dichtung ist auf der Verdampferseite
- Verwendung von Flanschverdampferkolben möglich

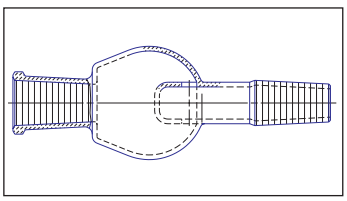
3.4 Spezielles Zubehör

Extraktionsaufsatz "Soxhlet"



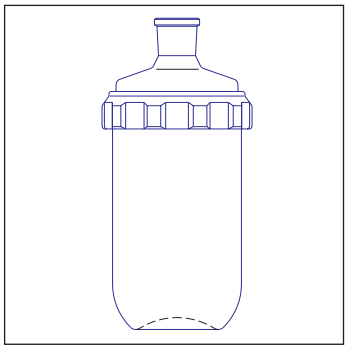
Unter Extraktion versteht man das Herauslösen eines Stoffes aus einer Lösung oder einem Substanzgemisch. Mit dem Soxhlet werden Fest/Flüssig-Extraktionen durchgeführt (z.B. Erdnussöl aus Erdnüssen). Das Lösungsmittel wird verdampft, kondensiert im Kühler und läuft durch das Extraktionsgut (im Soxhlet-Aufsatz). Das herausgelöste Produkt läuft mit dem Lösungsmittel zusammen in den Verdampferkolben zurück und reichert sich dort an. Das Lösungsmittel wird wieder verdampft. Nach Beendigung des Extraktionsvorganges wird das Lösungsmittel abdestilliert, und im Verdampferkolben ist der extrahierte Stoff. Dieser ganze Prozess kann in der gleichen Apparatur (Bedingung: Glasaufbau S oder CR) durchgeführt werden.

Reitmayer-Aufsatz



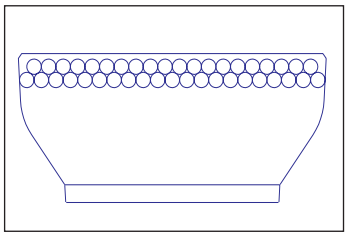
Beim Siedevorgang können mit dem aufsteigenden Dampf auch Flüssigkeitsteilchen mitgerissen werden. Dadurch kann das Kondensat verunreinigt werden. Die gleiche Wirkung haben auch stark schäumende Produkte. Bei problematischen Substanzen wird ein Spritzschutz (Reitmayer-Aufsatz) eingesetzt. Der Aufsatz wird zwischen Verdampferkolben und Dampfdurchführungsrohr montiert.

Becherkolben:



Die grosse Öffnung des Becherkolbens erlaubt eine problemlose Entleerung hochviskoser und fester Produkte. Zudem lässt sich die Kolbeninnenseite problemlos mechanisch von Hand reinigen. Das Destillieren von schäumenden Produkten wird durch die grosse Oberfläche des zylindrischen Becherkolbens wesentlich vereinfacht. Das ruckartige Überschäumen findet nicht mehr statt.

Kunststoffkugeln

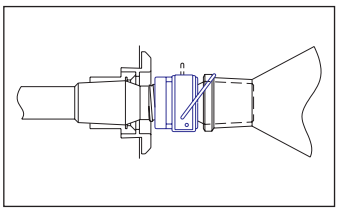


Wasser verdunstet leicht. Heisse Wasserbäder können durch Abdecken der Oberfläche mit Kunststoffkugeln vor dem Eintrocknen geschützt werden.

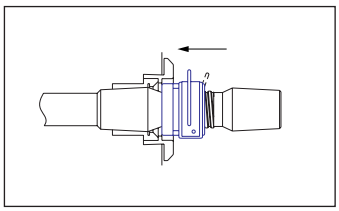
Kombi-Klammer

Neben dem eigentlichen Halten des Verdampferkolbens erfüllt die patentierte Kombi-Klammer auch folgende **Funktionen**:
Durch Drehen im Gegenuhrzeigersinn lässt sich der Verdampferkolben bei festsitzendem Schliff lösen.
Durch Drehen im Uhrzeigersinn kann ein festsitzendes Dampfdurchführungsrohr herausgepresst werden.

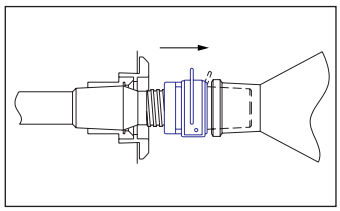
Halten des Verdampferkolbens



Herauspressen eines festsitzenden Dampfdurchführungsrohrs

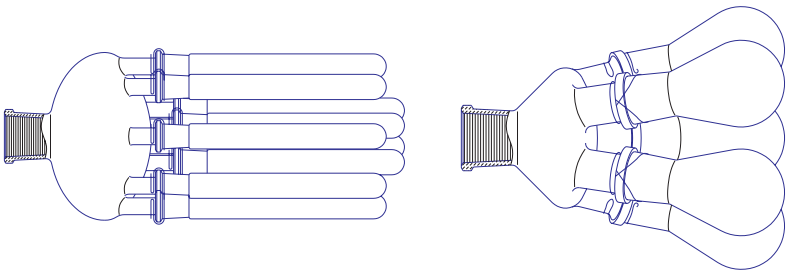


Lösen des Verdampferkolbens bei festsitzendem Schliff



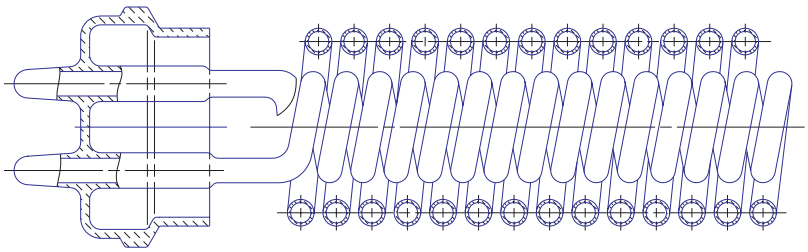
Destillierspinne:

Müssen mehrere Proben unter den gleichen Bedingungen eingedampft werden, so ist der Einsatz einer Destillierspinne sinnvoll. Sie ermöglicht ein gleichzeitiges Eindampfen von 5 Proben bei Kolbengrösse 50 ml oder 100 ml.
Für kleinere Volumina stehen 20 ml-Zylinderkolben zur Verfügung. Dabei können bis zu 20 Proben eingedampft werden.



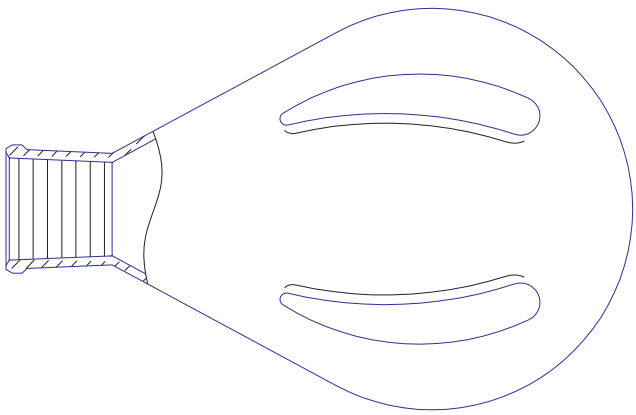
Einhängekühlspirale:

Werden nicht nur tiefsiedende Lösungsmittel, sondern auch höhersiedende Lösungsmittel destilliert, so kann die Einhängekühlspirale anstelle des Kühlfingers in die Kühlfalle eingehängt werden. Nun kann die Kühlfalle (Glasaufbau C und CR) wie ein normaler flüssigkeitsgekühlter Kühler betrieben werden.



Pulverkolben

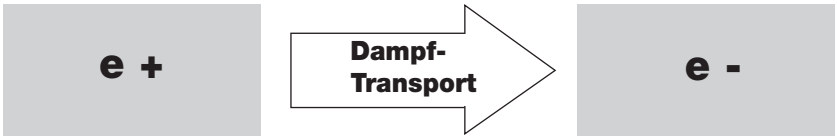
Im Pulverkolben herrscht eine starke Turbulenz. Beim Eindampfen von Suspensionen werden die Feststoffe immer wieder aufgewirbelt. So erhält man ein lockeres Pulver.



4 Arbeiten mit dem Rotationsverdampfer

4.1 Heizen/Kühlen

Das Leistungsvermögen eines Rotationsverdampfers wird dadurch begrenzt, welche Wärmemenge auf der Verdampferseite zu- und welche Wärmemenge auf der Kondensationsseite in der gleichen Zeitspanne abgeführt werden kann.
Die Leistung eines Wasser- oder Ölbades beträgt 1300 Watt. Die Kühlfläche eines Rotationsverdampfers (Typ RE, EL) beträgt 0,15m^2 (Kühlfalle : 0,05m^2).



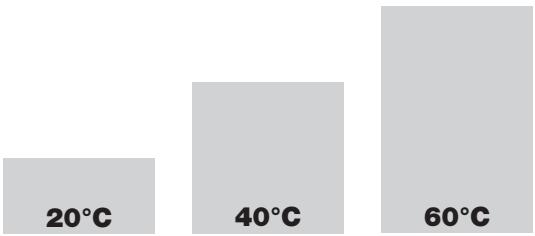
(Aufheizen/ Verdampfen) **(Kondensation/ Abkühlen)**

Aus praktischen Gründen hat sich das Wasserbad zur Beheizung von Labor-Rotationsverdampfern durchgesetzt (z.B. B-481). Wasser als Wärmeübertragungsmittel ist umweltfreundlich und sauber in der Handhabung. Die geringe Viskosität von Wasser ergibt eine gute Wärmeverteilung. Dank seiner hohen spezifischen Wärmekapazität kann Wasser viel Energie aufnehmen und auch wieder abgeben. Durch Zugabe von Kunststoffkugeln kann die Verdunstungsrate im Heizbad verkleinert werden, da die freie Oberfläche kleiner wird.

In der Regel lässt sich die Kühlwassertemperatur nicht beliebig wählen. Die Destillierbedingungen richten sich deshalb unter anderem nach der vorhandenen Kühlwassertemperatur.

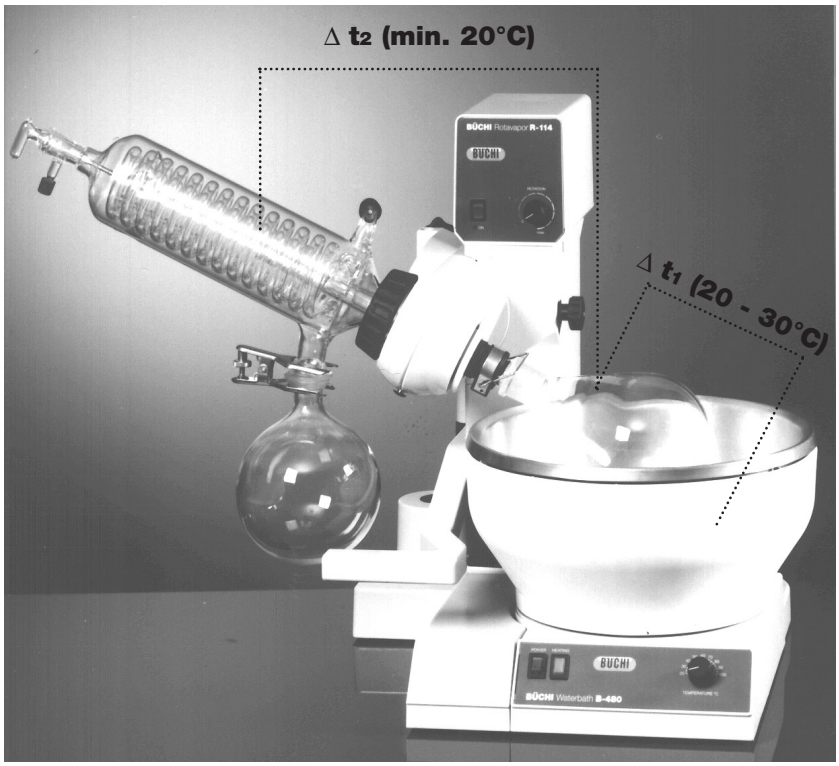
Daraus ergibt sich folgende Faustregel:

20°C Kühlwasser
40°C Dampf
60°C Bad



Vorteile von 60°C Badtemperatur:

- Der Verdampferkolben kann ohne Verbrühungsgefahr gewechselt werden.
- Die Verdunstungsrate von Wasser aus dem Heizbad ist noch nicht sehr hoch.
- Die Destillierleistung des Rotationsverdampfers wird mit gutem Wirkungsgrad ausgenutzt.



4.2. Druckregelung

Die Siedetemperatur ist im Gegensatz zum Schmelzpunkt sehr druckabhängig. Mit zunehmendem Umgebungsdruck steigt die Siedetemperatur, mit abnehmendem Umgebungsdruck sinkt sie (z.B. Wasser: 100°C in Nizza auf Meereshöhe, ca. 84°C auf dem Mont Blanc, 4810 m). Hochsiedende Stoffe können durch verminderten Druck bei tieferer Siedetemperatur destilliert werden.
In der Praxis werden Destillationen unter reduziertem Druck durchgeführt (Vakuumdestillation), damit temperaturempfindliche Substanzen keinen Schaden nehmen. Substanzen mit einem Siedepunkt von 100°C oder höher werden oft unter Vakuum destilliert, damit als Heizquelle ein Wasserbad verwendet werden kann (Temperaturbereich bis max. 100°C).
Soll gemäss der Faustregel 20 - 40 - 60°C gearbeitet werden, ist der Druck so zu wählen, dass die Dampftemperatur (und damit der Siedepunkt) 40°C beträgt. Um diesen Druck zuverlässig einstellen und im Verlauf der Destillation regeln zu können, wird ein Zusatzgerät notwendig; ein sogenannter Vacuum Controller (z.B. B-721). Beim B-721 kann manuell sowie auch automatisch (mit einer Automatiksonde) destilliert werden.

z.B. Wasser:		
100°C	**1013**	**mbar**
80°C	**550**	**mbar**
60°C	**300**	**mbar**
40°C	**72**	**mbar**

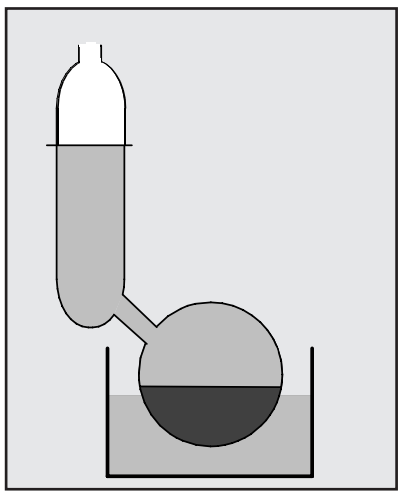
Die gebräuchlichste Pumpe, um einen Rotationsverdampfer zu betreiben, ist die gesteuerte Wasserstrahlpumpe (z.B. B-164, B-167, B-764, B-767).
Aus Umweltschutzgründen (Wasserverbrauch) wird eine PTFE-Membranpumpe (z. B. V-500) oder ein Vakuum-System (z. B. Büchi Vakuum Linie V-501 bis V-513) empfohlen.

Eine Apparatur, die Verbindungsstellen aufweist, ist niemals völlig dicht. Soll bei einem Vakuum gearbeitet werden, das deutlich unter Normaldruck liegt, so empfiehlt es sich, die Apparatur vorgängig auf Dichtheit zu prüfen. Dabei wird die Apparatur evakuiert, und dann wird der Druck über eine bestimmte Zeit gemessen. Die Leckrate wird normalerweise angegeben als Druckanstieg pro Zeiteinheit.

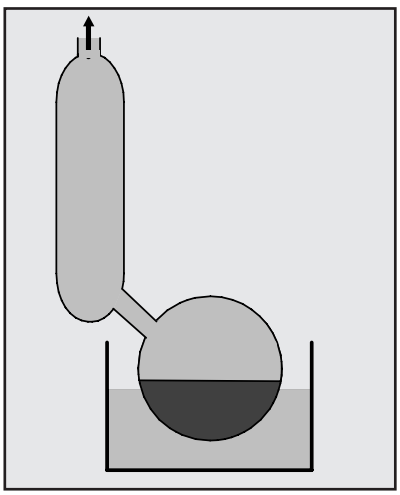
Ein Laborroti gilt als dicht, wenn der Druck auf einem gewählten Niveau weniger als 10 mbar in 5 min ansteigt.

Ein Grossroti gilt als dicht, wenn der Druckanstieg weniger als 5 mbar in 15 min beträgt.

Die Kühlerleistung des Kühlers, das Vakuum und die Badtemperatur werden so aufeinander abgestimmt, dass der Kühler möglichst gut ausgelastet ist, ohne dass er “durchschlägt”. Ein Kühler “schlägt durch”, wenn nach dem Kühler ein Kondensat beobachtet wird oder wenn die Pumpe dauernd saugt, um einen vorgegebenen Druck aufrecht zu erhalten. Ein Kühler ist optimal ausgenützt, wenn zwei Drittel mit Kondensat beschlagen sind. Das letzte Drittel wirkt als Sicherheitsbarriere bei Druckschwankungen einerseits, andererseits für “mitgeschleppte” tiefsiedende Lösungsmittel (Verunreinigung).



Kühlerauslastung

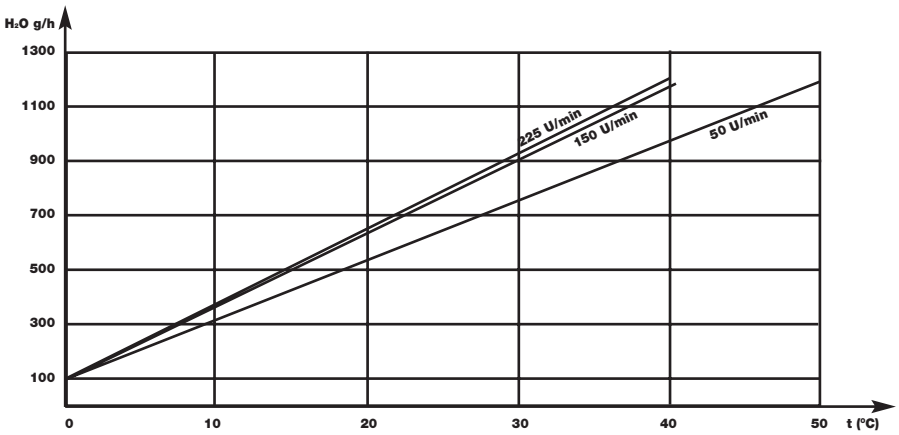


Kühler “schlägt durch”
⟶ Lösungsmittelverlust

4.3 Verdampferkolben und Rotation

Das Charakteristikum eines Rotationsverdampfers ist der rotierende Verdampferkolben. Die Rotation wird so gewählt, dass sowohl im Bad als auch im Kolbeninnern maximale Turbulenz herrscht. Diese Turbulenz ist abhängig von Kolbengrösse, Füllgrad und Fliesseigenschaften (Viskosität) der Substanz.Grundsätzlich gilt:

Je höher die Rotation, desto höher die Destillierleistung



Wird die Rotation so hoch, dass der Inhalt durch die Fliehkraft wie in einer Zentrifuge an die Wand gepresst wird und die Rotation mitmacht, dann wird die Turbulenz wieder deutlich kleiner. ⟶ **Folge**: Die Verdampferleistung sinkt. Ebenfalls gilt:

Je grösser der Verdampferkolben, desto höher die Destillierleistung

5 Die thermische Pumpe

Aus 1 ml Wasser entstehen bei einem Druck von 72 mbar (Standard-Destillierbedingungen für einen Rotationsverdampfer) 17’500 ml Wasserdampf!
In einer Destillierapparatur wird im Verdampferkolben somit dauernd aus einem (kleinen) Flüssigkeitsvolumen das tausend- bis zwanzigtausendfache Gasvolumen freigesetzt. Da der Raum für eine solche Ausdehnung beschränkt ist, entsteht ein Druck. Dieser Druck bewirkt, dass die Gasteilchen von der Verdampferseite auf die Kondensationsseite strömen.
Findet am Kühler auch tatsächlich eine Kondensation statt, so wird aus dem (riesigen) Gasvolumen schlagartig wieder das kleine Flüssigkeitsvolumen. Es entsteht ein örtliches Vakuum.
Aufgrund dieser Druckdifferenz zwischen höherem Druck im Verdampferkolben und örtlichem Vakuum am Kühler strömen grosse Volumina an Gasen (Dämpfen) mit hoher Geschwindigkeit vom Verdampferkolben an den Kühler.
Man nennt diese treibende Kraft **Thermische Pumpe**.
Die Dampfgeschwindigkeiten können an der engsten Stelle eines Rotationsverdampfers über 150 km/h betragen.

6 Wie vorgehen beim Destillieren?

Starten

1. Bad- und Siedetemperatur sowie Vakuum festlegen (aus Tabellen ersichlich)
2. Bad vorheizen
3. Apparatur ohne Lösungsmittel auf Vakuumdichtheit prüfen, siehe Seite 14
4. Kühlwasserfluss überprüfen. Nicht zuviel, aber auch nicht zuwenig (bei Laborroti: 40 - 50 l/h)
5. Lösungsmittel einsaugen oder einfüllen
6. Destillationsdruck einstellen und evakuieren
7. Rotation einstellen
8. Verdampferkolben ins Bad absenken, eventuell auch stufenweise absenken, wenn das Destillationsgut zum Schäumen neigt.
9. Destillieren

Stoppen

1. Rotation stoppen
2. Verdampferkolben ausfahren
3. System belüften
4. Heizbad abschalten

7 Fachbegriffe

[1] Alchemisten:	Chemiker des Mittelalters
[2] Suspension:	Gemisch von festen Stoffen und Flüssigkeit (z.B. Suppe)
[3] Umkristallisation:	Reinigungsmethode für Substanzen, die Kristalle bilden können.
[4] Synthese:	Herstellung komplexer chemischer Verbindungen aus einfacheren Verbindungen z.B. Hopfen, Malz, Wasser ⟶ Bier (Alkohol)
[5] Soxhlet-Extraktion:	Herauslösen von bestimmten Bestandteilen aus festen Substanzgemischen mit Hilfe von Lösungsmittel (z.B. Tee aus Teebeutel)
[6] Viskosität:	Fliesseigenschaften, Zähflüssigkeit (z.B. Honig)
[7] Polymerisation:	Bildung von längeren Molekülketten (z.B. Kunststoffasern)
[8] Raschigringe:	Hilfsmittel aus Glas, um Trennwirkung beim Destillieren zu erhöhen.

BÜCHI
Labortechnik AG

Postfach
CH-9230 Flawil
Schweiz
Telefon 071 394 63 63
Telefax 071 394 65 65
http://www.buchi.com
e-mail: verkauf@buchi.com

Informationen im Internet / Informations on our website
Jahr 2000 Year
www.buchi.com
BÜCHI Labortechnik