

Methoden

Die Destillation

Die **Destillation** ist ein **Trenn- und Reinigungsverfahren für Flüssigkeiten**, bei dem der zu destillierende Stoff durch Erhitzen in die Gasphase überführt und durch Abkühlen wieder verflüssigt wird. Der Übergang in die Gasphase erfolgt bei Flüssigkeiten am Siedepunkt. Er ist definiert als die Temperatur, bei der der Dampfdruck einer Flüssigkeit gleich dem auf die Flüssigkeitsoberfläche wirkenden Außendruck ist. Dieser beträgt auf der Erdoberfläche 1013 mbar, bezogen auf die Höhe Null Meter (Meereshöhe).

Destillationsverfahren

Die Gleichstromdestillation

Für die Destillation einfach zu trennender Gemische (z.B. Abdestillieren eines Lösemittels von einem Feststoff) reicht eine einfache Destillations-apparatur (**Abb.1**) aus. Sie besteht aus einem Einhals- oder Zweihalsrundkolben als Verdampfungsgefäß (der Blase), dem Kühler, einem Thermometer und der Vorlage. Die Destillationsapparatur darf nicht völlig abgeschlossen sein, da der durch die Verdampfung der Flüssigkeit entstehende Druck ihre Bestandteile sprengen kann.

Daher wird die Vorlage stets belüftet.

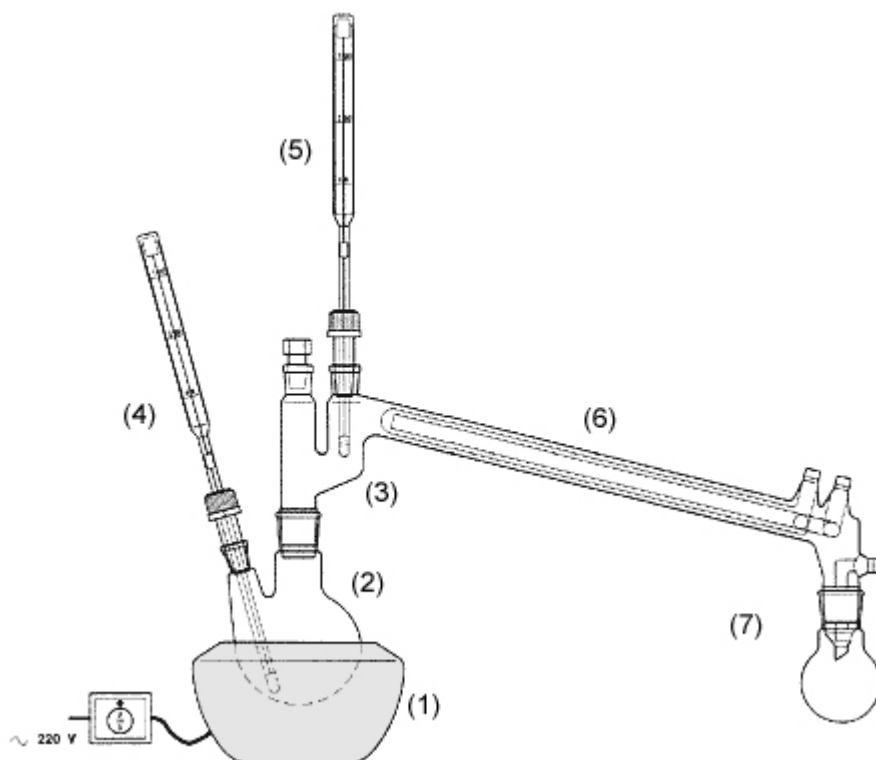


Abbildung 1. Destillationsanlage

(1) Heizpilz (2) Zweihals Rundkolben (3/6) Kühler (4/5) Thermometer (7) Einhals Rundkolben

Fraktionierte Destillation (Gegenstromdestillation)

Zur Trennung von Flüssigkeitsmischungen, deren Komponenten nahe beieinanderliegende Siedepunkte haben, setzt man die fraktionierte Destillation (Rückflußdestillation, Kolonnendestillation, Rektifikation) ein. Ihr Prinzip besteht darin, daß man durch Zwischenschalten einer Säule (Kolonne) zwischen Verdampfungsgefäß und Kühler eine Anreicherung der leichtflüchtigen Komponente in der Gasphase herbeiführt (**Abb. 2**)

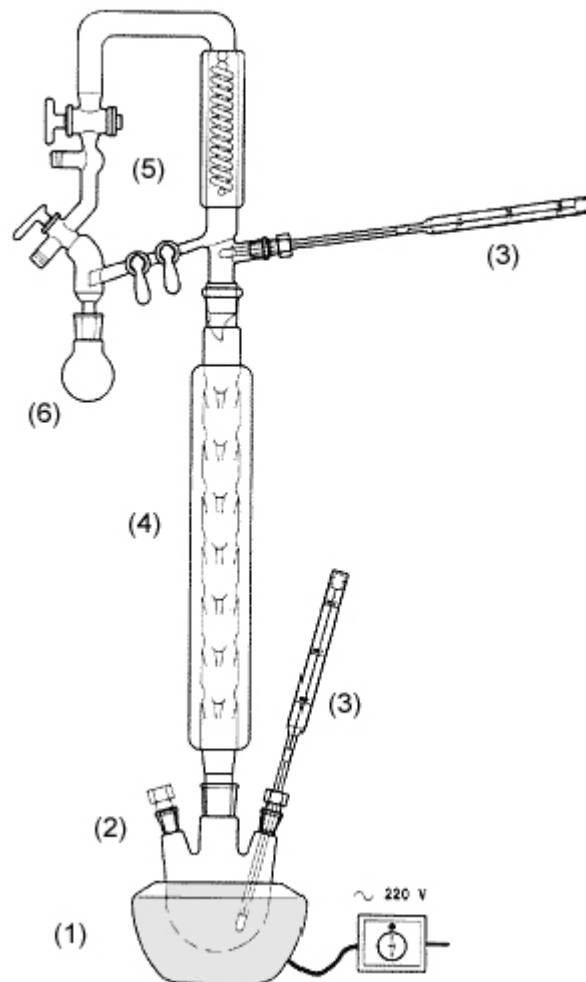


Abbildung 2. Gegenstrom-Destillationsanlage

(1) Heizpilz (2) Zweihals Rundkolben (3) Thermometer (4) Kolonne (5) Kühler (6) Einhals Rundkolben

Man erreicht dies dadurch, daß der an leichtsiedender Flüssigkeit schon angereicherte Dampf am Kolonnenkopf kondensiert und in der Kolonne zurückläuft (Rücklauf). Dabei wird er von aufsteigendem Dampf durchströmt und erwärmt. Durch einen Wärme- und Stoffaustausch geht aus dem zurücklaufenden Gemisch der leichtflüchtige Teil in den Dampf, und aus dem aufsteigenden Dampf kondensiert der schwerflüchtige Anteil. Das Resultat ist ein Dampf, der an leichtflüchtiger Komponente stärker angereichert ist als der zuerst aufgestiegene.

Um den Stoff- und Wärmeaustausch möglichst wirkungsvoll zu gestalten, werden in die Kolonnen Füllkörper (z.B. Raschig-Ringe, Drahtkörper) gegeben oder Einbauten (Glocken bzw. Siebböden) angebracht (**Abb. 3**), die für eine große Oberfläche des zurücklaufenden Gemisches und damit für eine gute Durchdringung mit dem aufsteigenden Dampf sorgen.

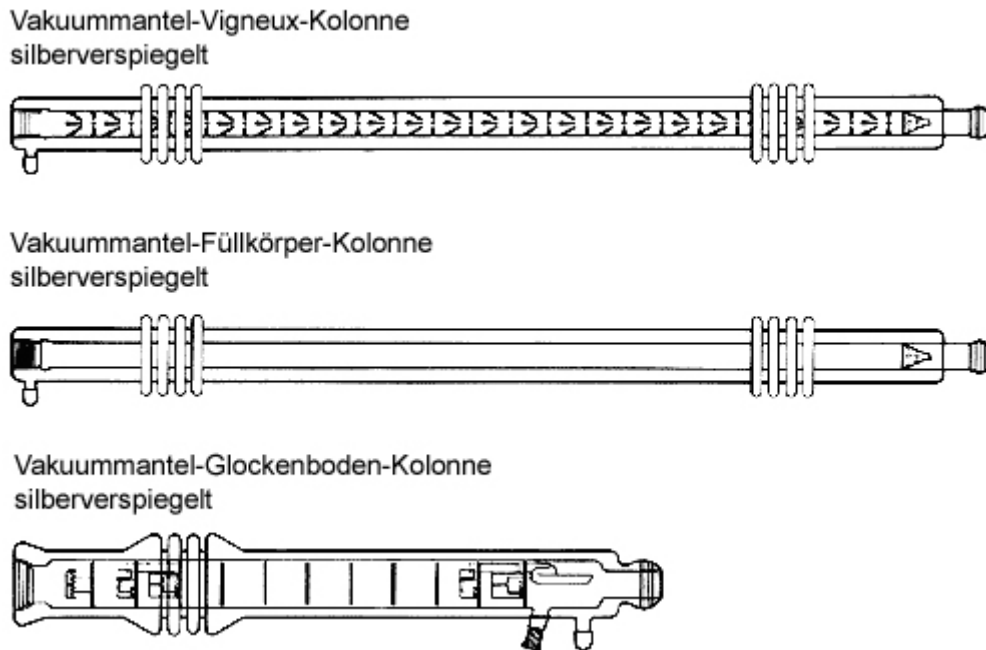


Abbildung 3. Kolonnen

(1) Vakuummantel Vigneux Kolonne (2) Vakuummantel-Füllkörper Kolonne (3) Glockenboden Kolonne

Der Kolonnenkopf enthält eine Vorrichtung, die den kondensierten Dampf in den Rücklauf und das Destillat teilt, das abgenommen wird und die reine, leichtflüchtige Komponente des Ausgangsgemisches enthält.

Da der Wärme- und Stoffaustausch innerhalb der Kolonne ein Gleichgewichtsprozeß ist, der längere Zeit für die Einstellung benötigt, wird zu Beginn der Trennung kein Destillat abgenommen.

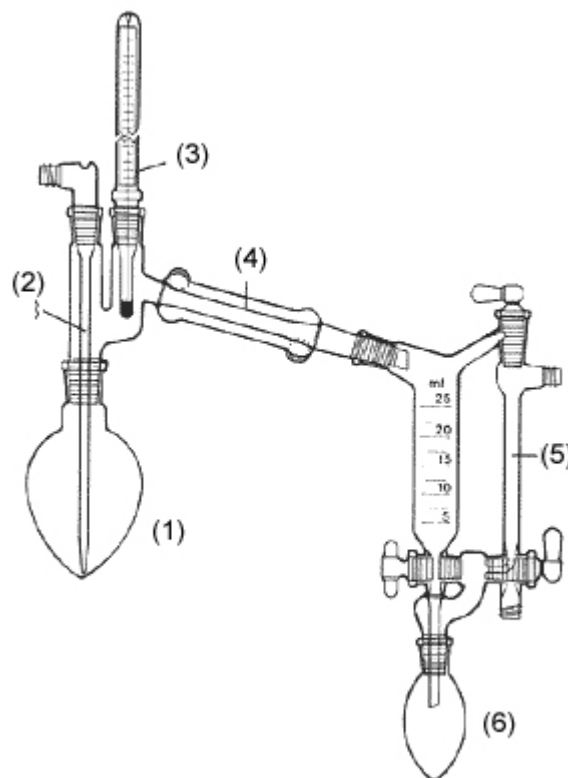
Nach Einstellung des Gleichgewichts wird die Trennung in Rücklauf (**R**) und Destillat (**D**) vorgenommen. Das Verhältnis beider Stoffmengen **n** ist das Rücklaufverhältnis **v**.

Vakuumdestillation

Vermindert man den auf eine Flüssigkeit wirkenden Außendruck, dann sinkt ihr Siedepunkt. Dies nutzt man bei der Vakuumdestillation aus, wenn sich Verbindungen bei höheren Temperaturen zersetzen oder die Siedetemperatur im Laboratorium apparativ nicht zu erreichen ist. Außerdem kommt man auf diese Weise zu einem günstigeren Verlauf der Gleichgewichtskurve.

Das Vakuum wird durch Wasserstrahlpumpen (bis etwa 20 mbar), Ölpumpen (bis 0,01 mbar) oder Quecksilberdampfstrahlpumpen (bis 0,0004 mbar) erzeugt. Es wird am Vakuummeter abgelesen, das beispielsweise aus einem mit Quecksilber gefüllten und auf einer Seite verschlossenem U-Rohr besteht. Die Höhendifferenz der beiden Quecksilbersäulen gibt den Druck an (1 mm Quecksilbersäule = 1 mm Hg = 1,333 mbar = 1,333 hPa).

Die zum **Aufbau einer Vakuumapparatur** verwendeten Glasgeräte müssen möglichst rund sein, um eine ungleichmäßige Belastung durch den Außendruck zu verhindern. Vorratsflaschen und Erlenmeyerkolben eignen sich daher nicht. Sie dürfen auch keine Risse haben, die zu Implosionen führen können. Als Verdampfungsgefäß für kleine Flüssigkeitsmengen verwendet man Kolben mit Aufsatz nach Claisen an dessen Hals ein zweiter Tubus angeschmolzen ist. Dieser ist durch ein Übergangrohr mit dem Kühler verbunden. Der Kühler mündet in einen Vakuumvorstoß, von dem ein Druckschlauch über eine zwischengeschaltete Sicherheitsflasche (Woulffsche Flasche) zur Pumpe führt. Die Sicherheitsflasche schützt das Destillat und die Vakuumleitung vor Öl oder Wasser aus der Pumpe. Durch den Tubus des Claisenkolbens wird eine Siedekapillare in die Flüssigkeit eingeführt, die bei Anlegen des Vakuums durch einen schwachen Luftstrom Siedeverzüge verhindert. Ist sie nicht dünn genug, so daß das gewünschte Vakuum nicht erreicht wird, zieht man über das aus dem Kolben ragende Ende einen Gummischlauch, den man mit einer Schraubklemme so lange verengt, bis das angestrebte Vakuum erreicht ist.



Die Vakuumapparatur wird vor dem Einbringen der Substanz in das Verdampfungsgefäß auf ihre Dichtigkeit geprüft. Dabei darf die Vakuumpumpe nur bei belüfteter Apparatur eingeschaltet werden. Erst wenn die Pumpe normal läuft, wird der Belüftungshahn geschlossen. So verfährt man auch vor Beginn der Destillation. Wenn das erwünschte Vakuum erreicht ist, beginnt man, die Substanz zu erhitzen. Die Destillation soll zügig durchgeführt werden. Um das Vakuum konstant zu halten, kann die Verwendung eines Druckreglers angebracht sein. Nach Beendigung der Destillation wird zuerst das Heizbad entfernt und der Destillationsrückstand abgekühlt. Dann wird belüftet und anschließend die Pumpe abgestellt. Stellt man bei noch vorhandenem Vakuum die Pumpe ab, wird Wasser oder Öl aus der Pumpe in die Apparatur gesaugt.

Bei der fraktionierten Vakuumdestillation muß ein **Vorlagenwechsel** gewährleistet sein, der das Vakuum in der Apparatur nicht beeinflusst. Dies ist mit einer Eutervorlage (Spinne) oder einem Vakuumviereck möglich (**Abb.5**). Während man bei der Spinne das Destillat durch einfaches Drehen in eine andere Vorlage leitet ist der Vorlagenwechsel beim Vakuumviereck langwieriger. Man schließt die Hähne 1 und 3 und belüftet die Vorlage über Hahn 2. Das Vakuum in der Apparatur wird dadurch aufrechterhalten. Nach dem Vorlagenwechsel wird Hahn 2 geschlossen und die Vorlage wieder evakuiert. Dann stellt man über die Hähne 1 und 3 vorsichtig wieder die Verbindung mit der Apparatur her. Das im Gefäß V angesammelte Destillat läßt man in die Vorlage ab.

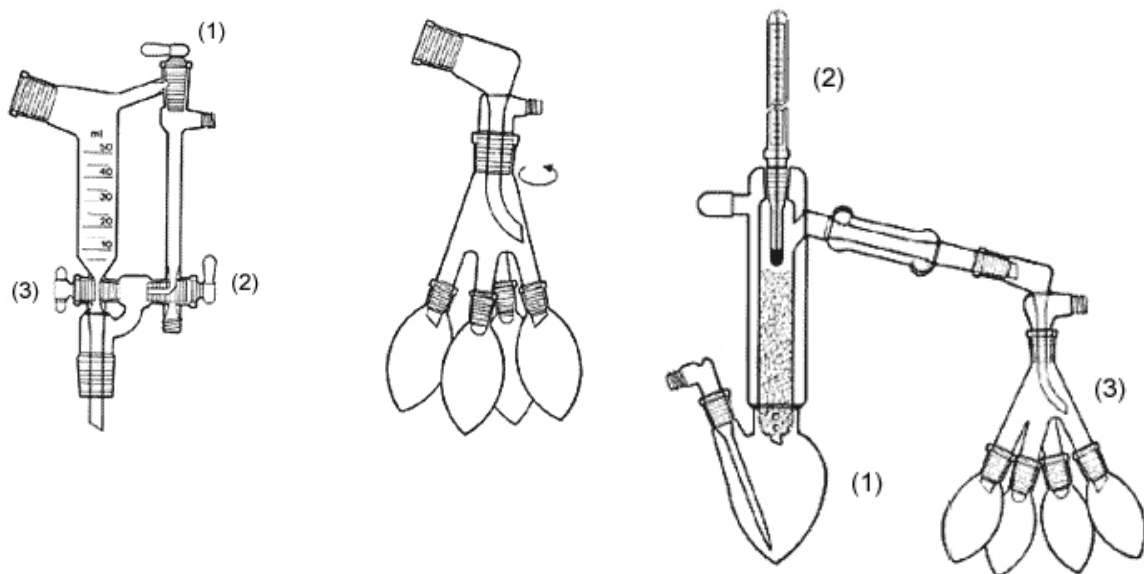


Abbildung 5

Links = Vakuumviereck | Mitte = Eutervorlage (Spinne) | rechts= Vorlagenwechsel

Wasserdampfdestillation (Schleppmitteldestillation)

Wasser und Anilin bilden ein Zweiphasensystem, da sich beide Flüssigkeiten nicht mischen. Erhitzt man dieses System, dann siedet es wenig unterhalb 100°C , und eine milchig trübe Flüssigkeit kondensiert. Sie besteht aus Wasser und Anilin. Das erst bei $184,4^{\circ}\text{C}$ siedende Anilin ist also schon weit unterhalb seines Siedepunktes übergegangen. Man nutzt bei diesem Versuch die Addition der Dampfdrucke der Komponenten nicht mischbarer Flüssigkeiten zum Gesamtdampfdruck aus. Aufgrund seines Dampfdruckes ist Anilin zu einem bestimmten Prozentsatz in der Gasphase vertreten. Da er sehr klein ist, ist sein Beitrag zum Gesamtdampfdruck gering, so daß der Siedepunkt des Gemisches in der Nähe des Siedepunktes von reinem Wasser liegt.

Eine Wasserdampfdestillation kann man entweder durch Erhitzen eines Gemisches aus Wasser und dem zu trennenden Stoff oder durch Einleiten von Wasserdampf in das Substanzgemisch durchführen. Das zweite Verfahren (**Abb.7**) ist häufiger. Es arbeitet meist mit gesättigtem Dampf der ständig mit dem Wasser, aus dem er erzeugt wird, in Verbindung steht. Bei der Destillation mit überhitztem Dampf wird zwischen Dampfentwickler und Destillierkolben ein Dampfüberhitzer eingebaut, der aus einem Blechkasten mit eingebauter Kupferschlange besteht, die mit einem Gasbrenner erhitzt wird. Hier wird der erzeugte Wasserdampf auf Temperaturen über 100°C gebracht und dann in das zu trennende Substanzgemisch eingeleitet.

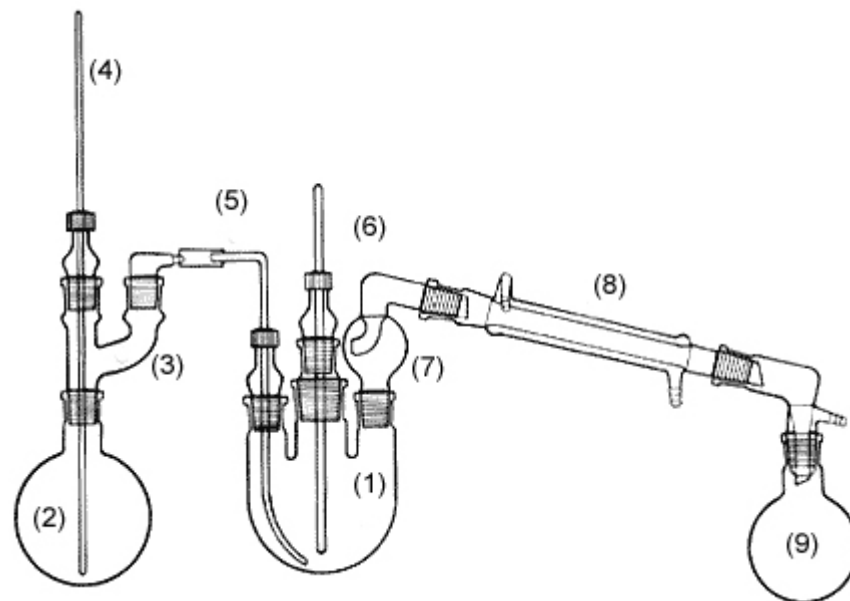


Abbildung 6

(1) Kolben für das Destillationsgut (Destillierkolben), dem gegebenenfalls über ein Bad noch gesondert Wärme zugeführt wird, (2) Wasserdampfentwickler, (3) Verteileraufsatz, (4) Sicherheitssteigrohr, (5) Dampfleitung (evtl. mit Kondenswasserabscheider), (6) Thermometer (oder Rührer), (7) Spritzschutz (Reitmeyeraufsatz), (8) Kühler, (9) Vorlagekolben)

Mit der Wasserdampfdestillation lassen sich nicht nur Flüssigkeiten abtrennen, die mit Wasser nicht mischbar sind, sondern auch Feststoffe, wenn deren Dampfdruck ausreichend hoch ist. Man muß hierbei darauf achten, ob sich der Feststoff schon im Kühler abscheidet und gegebenenfalls die Kühlung abschalten. Man erkennt den Endpunkt der Destillation bei nicht mit Wasser mischbaren Flüssigkeiten am Ausbleiben der Trübung des Destillats und bei Feststoffen daran, daß sich im Kühler kein Stoff mehr absetzt.

Die Wasserdampfdestillation ist ein sehr schonendes Trennverfahren, da die zu reinigende Substanz nie über 100°C erhitzt wird.