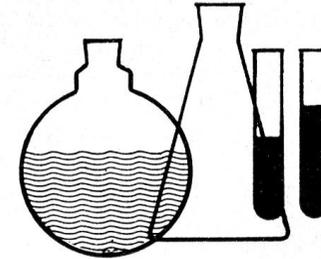


Lernen+Leisten

Heft 4
April 1970



Eine Beilage der Fachzeitschrift
„CHEMIE für Labor und Betrieb“

Verantwortlich für den Inhalt:
Reinhold Ellmer, Brühl Bez. Köln

Anschrift für Schriftleitung und
Verlag:
Frankfurt/Main, Stuttg. Str. 18-24.

Blätter zur Ausbildung und Weiterbildung für den Nachwuchs der Chemie-Berufe

Labortechnik

Kühler bei Labordestillationen

In Kühlern bei Labordestillationen sollen Dämpfe abgekühlt und kondensiert werden. Die vom Dampf abgegebene Wärme wird von einem Kühlmittel aufgenommen und abgeführt. Ein Kühler besteht prinzipiell aus einem Rohr und einem Kühlmantel. Die bei Labordestillationen angewendeten Kühler sind aus Glas gefertigt. Durch das Rohr wird der Dampf bzw. das Kondensat geleitet. Das Rohr ist von dem Kühlmantel umgeben, durch den das Kühlmittel fließt. Als Kühlmittel kommt in erster Linie Wasser in Frage. Daneben werden in bestimmten Fällen aber auch Kühlsolen und Luft verwendet.

Man unterscheidet bei den Kühlern Innen- und Außenkühlung. Beim Außenkühler werden die Dämpfe durch ein dünnwandiges, gerades, kugeliges oder spiralförmiges Rohr geleitet. Dieses Rohr ist von einem mit Kühlflüssigkeit gefüllten Mantel umgeben. Beim Innenkühler ist ein spiralförmiges, vom Kühlmittel durchflossenes Rohr so im Kühler angebracht, daß die Dämpfe die kalten Flächen dieses Rohres bestreichen müssen und dabei die Flüssigkeit niederschlagen wird.

Nach Anordnung der Kühler unterscheidet man absteigende Kühler und Rück-

flußkühler. Ist der Kühler so angeordnet, daß das Kondensat in einer Vorlage aufgefangen wird, so spricht man von einem absteigenden Kühler, häufig auch Produktkühler genannt. Handelt es sich um einen Kühler, bei dem das Kondensat in die siedende Flüssigkeit zurückläuft, so spricht man von einem Rückflußkühler. Es kann aber auch, wie bei der fraktionierten Destillation und bei Rektifikationen, nur ein kleiner Teil des Kondensats in die Vorlage übergeführt und der andere Teil in das Siedegeäß zurückgeleitet werden.

Absteigende oder Produktkühler

Sie sollen den Dampf vollkommen kondensieren und das Kondensat über einen sogenannten Vorstoß in die Vorlage leiten. Liebig-Kühler (vgl. Abb.)

Der einfachste absteigende Kühler ist der *Liebig*-Kühler. Bei diesem Kühlertyp ist das Rohr, in das die Dämpfe geleitet werden, von einem Mantel umgeben. Durch diesen Mantel fließt ein Kühlmittel, im Normalfall Wasser. Das Kühlrohr ist mit dem Mantel verschmolzen. Der *Liebig*-Kühler kann als Produktkühler bis ca. 180 °C verwendet werden. Als Kühlmittel dient bis ungefähr 150 °C fließendes, von 150 °C bis 180 °C stehendes Wasser. Einen Luftstrom als Kühlmittel verwendet man

bei der Kondensation von Dämpfen hochsiedender Flüssigkeiten. Der *Liebig*-Kühler hat die kleinste Kühlfläche.

In den meisten Fällen verwendet man zur Kühlung der Dämpfe das Gegenstromprinzip, das heißt Dampf und Kühlflüssigkeit gehen den entgegengesetzten Weg. Hierdurch wird erreicht, daß der noch heiße Dampf von bereits zur Kühlung verwendeter Flüssigkeit umspült und vorgekühlt wird. Der nun schon weitgehend abgekühlte Dampf wird dann von Kühlflüssigkeit umgeben, die noch keine Wärme aufgenommen hat. Dadurch ist eine vollkommene Kühlung bzw. Kondensation gewährleistet. Der Wasseranschluß an den Kühler hat so zu erfolgen, daß das Wasser im Kühler emporsteigt. Der *Liebig*-Kühler als absteigender Kühler ist zum Siedegefaß meist unter einem Winkel von 70° angebracht. Der *Liebig*-Kühler findet auch bei der Wasserdampfdestillation als absteigender Kühler Verwendung.

Die Wirkung des Kühlers hängt bei gegebener Temperatur hauptsächlich von der Strömungsgeschwindigkeit des Kühlmittels ab. Die Strömungsgeschwindigkeit einer Flüssigkeit ist umgekehrt proportional dem Querschnitt des Rohres, durch das die Flüssigkeit strömt. Das Kühlrohr eines *Liebig*-Kühlers darf also nicht zu eng (genügend Kühlfläche) und der Raum zwischen Kühlrohr und Mantel nicht zu weit sein (genügende Strömungsgeschwindigkeit).

Schlangen- oder Spiralkühler (vgl. Abb.) Schlangenkühler haben bei gleicher Mantellänge wegen der größeren Kühlfläche eine bessere Kühlwirkung als *Liebig*-Kühler. In senkrechter Stellung ist der Schlangenkühler ein ausgezeichneter absteigender Kühler. Er wird vor allem für die Kondensation leichtflüchtiger Substanzen eingesetzt. Man verwendet diese

Kühler im Labor beim Abdestillieren tiefsiedender Lösungsmittel wie Äther, Aceton und Schwefelkohlenstoff. In schräg absteigender Lage darf der Schlangenkühler nicht verwendet werden, da sich die Schlange in dieser Lage mit Destillat füllen würde und damit ein weiterer Durchfluß des Destillats verhindert wird.

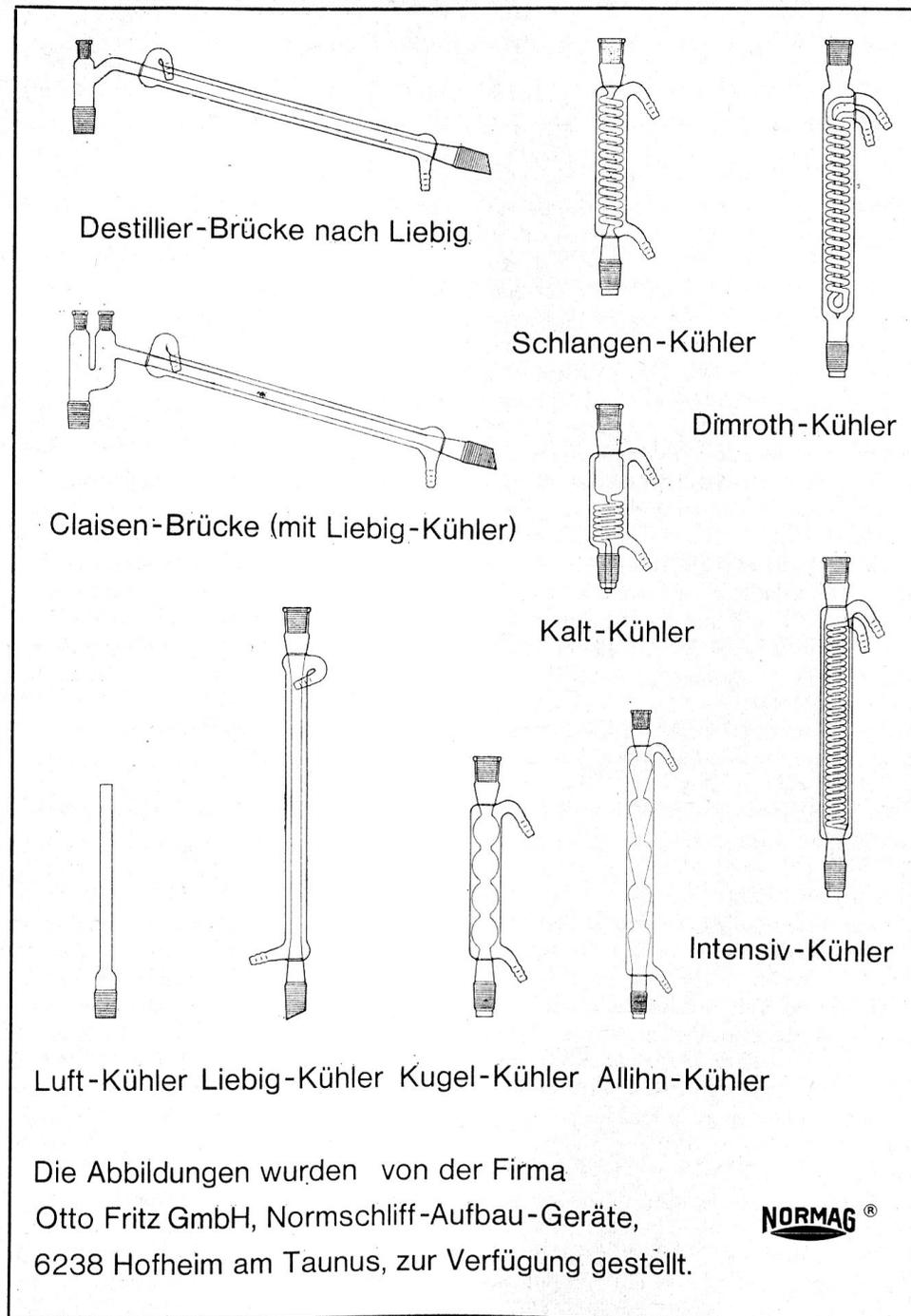
Kalt-Kühler (vgl. Abb.)

Will man tiefsiedende Flüssigkeiten kondensieren und verlangt man dabei eine besonders gute Kühlwirkung, so bedient man sich des Kalt-Kühlers, dessen Kühlgefäß von einer Kühlsole durchflossen oder mit Eiswasser oder Kältemischung (z. B. Trockeneis/Aceton) beschickt wird. Dimroth-Kühler (vgl. Abb.)

In besonderen Fällen kommt auch der *Dimroth*-Kühler als Produktkühler zur Anwendung. Sein Vorteil ist die große Kühlwirkung. Sein Nachteil ist, daß auf die an der Kühlschlange hängenbleibenden Destillat-Anteile verzichtet werden muß. Die Bedeutung des *Dimroth*-Kühlers als Rückfluß-Kühler ist größer, siehe später.

Rückflußkühler

Das Hauptanwendungsgebiet der Rückflußkühler liegt beim organisch-präparativen Arbeiten. Hier werden oft Reaktionen ausgeführt, die nur in bestimmten Lösungsmitteln, die meistens einen niedrigen Siedepunkt haben, ablaufen. Damit die Geschwindigkeit der durchzuführenden Reaktion nicht zu klein ist, erwärmt man das Reaktionsgemisch häufig. Bei der Erwärmung würden die Lösungsmittel aber aus dem Reaktionsgemisch verdampfen. Um dies zu verhindern, setzt man auf das Reaktionsgefäß einen Rückflußkühler. Um das Eindringen von Wasser in das Reaktionsgefäß zu verhindern, setzt man oft auf den oberen Tubus des Rückflußkühlers ein Calciumchlorid-Röhrchen auf; das CaCl_2 bindet das Wasser. Das ist bei manchen Arbeiten sehr



wichtig. Wasser würde z. B. eine Alkoholat-Lösung zum entsprechenden Alkohol zersetzen.

Luft-Kühler (vgl. Abb.)

Der einfachste Kühler ist der Luftkühler. Hierbei handelt es sich um ein auf den Siedekolben aufgesetztes, etwa ein Meter langes, dünnwandiges Rohr, in dem sich durch Luftkühlung die aufsteigenden Dämpfe kondensieren. Wegen der geringen Kühlwirkung der Luft ist der Anwendungsbereich dieses Kühlerstyps sehr klein. Nur bei Flüssigkeiten mit einem Siedepunkt von über 150 °C kann der Luftkühler verwendet werden. Dämpfe von Flüssigkeiten, die unterhalb 150 °C sieden, müssen mit Kühlern kondensiert werden, die mit einem von Wasser durchflossenen Kühlmantel mit Zu- und Ablauf versehen sind.

Liebig-Kühler (vgl. Abb.)

Als Rückflußkühler wird der *Liebig*-Kühler senkrecht auf das Siedegefaß aufgesetzt. Jedoch wird der Kühler wegen seiner relativ geringen Kühlwirkung kaum eingesetzt.

Kugel-Kühler (vgl. Abb.)

Eine Variante des *Liebig*-Kühlers stellt der Kugel-Kühler dar. Das Kühler-Rohr besitzt kugelförmige Erweiterungen, wodurch eine turbulente Dampfströmung und eine größere Kühlfläche und damit eine bessere Kühlwirkung erreicht wird. Bei der Verwendung als schräg liegender Produkt-Kühler würden sich die Kugeln mit Kondensat füllen und dem Kühler einen großen Teil der Kühlwirkung nehmen, außerdem würde ein beträchtlicher Teil des Destillats zurückgehalten werden. Der Kugel-Kühler kann nur als Rückflußkühler bzw. in senkrechter Lage verwendet werden. Auf der Außenwand kondensiert sich Wasserdampf aus der Luft. Dieses Wasser kann durch die Kapillarräume des Schliffs in das Reaktionsgefäß eindringen. Daher müssen die Schliffe gut gefettet und ein Kragen aus Filterpapier angebracht werden.

Bei einer bestimmten Destillationsgeschwindigkeit und einer wirksamen Mantellänge von 20 cm reichen für Methanol, Äthanol, Benzol, Chloroform und Tetrachlorkohlenstoff vier Kugeln, für Äther und Aceton sechs und für Schwefelkohlenstoff acht Kugeln. Eine Abwandlung des Kugel-Kühlers ist der *Allihn*-Kühler (vgl. Abb.).

Schlangen-Kühler (vgl. Abb.)

Soll ein Schlangenkühler als Rückflußkühler eingesetzt werden, so muß er stets senkrecht befestigt werden, da sich die Schlange in schräger Lage mit Destillat füllen würde, wodurch ein weiterer Durchfluß verhindert wird. Enge Schlangenkühler dürfen niemals als Rückflußkühler verwendet werden. Das Kondensat kann nämlich in der engen Schlange schlecht ablaufen, kann eventuell sogar oben aus dem Kühler herausgeschleudert werden und dabei Unfälle verursachen. Ein Nachteil des Schlangenkühlers als Rückflußkühler ist die Stauung des zurückfließenden Kondensats durch den aufsteigenden Dampf.

Dimroth-Kühler (vgl. Abb.)

Der *Dimroth*-Kühler ist wegen seiner guten Kühlleistung der am meisten verwendete Rückflußkühler. Die gute Kühlleistung wird durch eine sehr große Kühlfläche bewirkt. Der beim Schlangenkühler genannte Nachteil wird beim *Dimroth*-Kühler dadurch umgangen, daß man nicht den zu kondensierenden Dampf, sondern das Kühlmittel durch die Schlange führt. Bei sehr niedrig siedenden Substanzen, wie z. B. Schwefelkohlenstoff, hat der *Dimroth*-Kühler einen Nachteil: Die Dämpfe kriechen an der Innenseite der Außenwand, die sich auf Zimmertemperatur befindet, entlang und durchbrechen auf diese Weise die Kühlzone.

Intensiv-Kühler (vgl. Abb.)

Der Intensiv-Kühler stellt eine Vereinigung von *Liebig*-Kühler und *Dimroth*-Kühler dar. Seine Kühlwirkung ist die beste von allen Kühlern. Auch niedrig

siedende Lösungsmittel können die Kühlzone nicht durchbrechen, da der Dampfraum von der in der Mitte sitzenden Spirale und außen vom Mantel gekühlt wird. Intensiv-Kühler sind sehr teuer und sollten daher nur dort eingesetzt werden, wo es unbedingt erforderlich ist. Zu beachten ist auch das große Gewicht des vom Kühlwasser durchströmten Intensiv-Kühlers (sorgfältig befestigen!).

Die Kühlerstypen müssen nach Rückfluß-, Produkt- oder absteigende Kühler unter-

schieden werden. Der Einsatz eines bestimmten Kühlerstyps ist abhängig von der Substanz, die kondensiert werden soll. Nach den Siedepunkten der Substanzen kann häufig schon eine Auswahl getroffen werden. Bei der Auswahl eines bestimmten Kühlers ist die Kühlleistung von entscheidender Bedeutung. Sie ist abhängig von der Verdampfungswärme des zu kondensierenden Stoffes und vom Mengendurchsatz, der wiederum von der Destillationsgeschwindigkeit abhängt.

G. Albracht