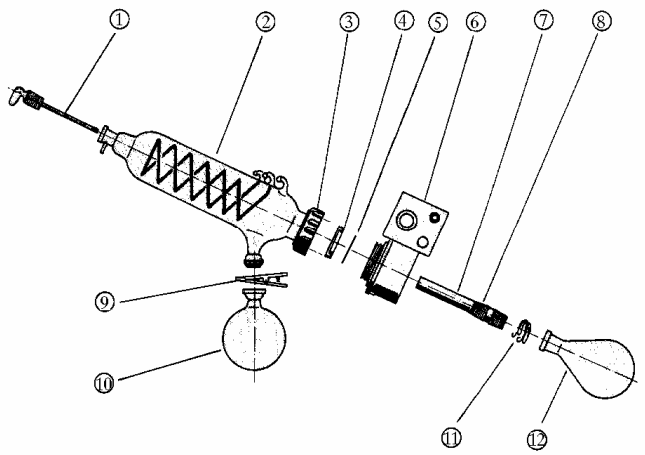
Betriebsanleitung für Rotationsverdampfer



Rotationsverdampfer

Erläuterungen Siehe Text.

Vor der Nutzung des Rotationsverdampfers zu beachten:

- keine **beschädigten Glasgeräte** einzusetzen, (Achten Sie auf Sprünge im Kühler oder auf "Sternchen" in den Kolben).
- **Schutzvorrichtung** gegen herumfliegende Splitter muss verwendet werden. Der Kühler muss mit einer Kunststoffhülle oder einem Kunststoffnetz umgeben sein.
- **Vorlagekolben** mit Kunststoffummantelung verwenden.
- Die Kolben müssen mit einer **Klammer gesichert** werden. Sind die Klammern vorhanden?
- Die **Eintauchtiefe** ist so einzustellen , dass das Dampfdurchführungsrohr (7) nicht am Badrand schleift. Ist das Bad voll genug? **Wenn nicht, mit <u>entsalztem Wasser</u> nachfüllen**.
- Nachsehen, ob das Innere des Rotationsverdampfers sauber ist.
- Das Kühlwasser muss den Kühler und den Kondensator kühlen. Ist das Wasser an?
- Bei **senkrechten Kühlern** muss der **Kühler etwas vom Bad weggeneigt** sein, damit das Kondensat nicht ständig das Dampfdurchführungsrohr umspült und die Dichtung unnötig belastet.
- Alle Schlauchverbindungen müssen gesichert sein.
- Vorlagekolben maximal zu ¾ voll.
- Der Rotationsverdampfer wird immer mit Kontroller und Membranpumpe betrieben.
- Wenn immer möglich, einen **Tropffängerkolbe**n zwischen Verdampfer und Kolben schalten, damit keine Lösung in den Verdampfer überschlagen kann.

- **Peroxidhaltige Lösungen (Vorsicht bei Ethern: Diethylether, THF, Dioxan) dürfen auch im Rotationsverdampfer nicht bis zur Trockene abgedampft werden.** In der Literatur sind Fälle beschrieben, bei denen es dabei zu **sehr heftigen Explosionen** im Rotationsverdampfer gekommen ist.
- Sehr **leicht flüchtige Verbindungen** wie Diethylether, Dichlormethan und Kohlendisulfid dürfen ohne Anlegen eines Vakuums nur abrotiert werden, wenn die Abgase in einen Abzug geleitet werden können. **Dabei unbedingt daran denken, dass am Kühler der Überdruck entweichen kann.**
- Befinden sich **besonders problematische Stoffe** (z. B. Benzylhalogenide), stark **riechende** (z. B. Pyridin) sowie **aggressive, korrosive Verbindungen** (z. B. Brom, Ammoniak, $SOCl_2$/zerstören die Messmembran und schaden der Pumpe) im Gefäß darf nicht abrotiert werden. Das Abrotieren ist in diesen Fällen verboten.

Inbetriebnahme und Destillation

- Vorlagekolben auf das Dampfdurchführungsrohr stecken (leichtes Einfetten nicht vergessen) und mit Klammer sichern.
- Auffangkolben mit Rundschliff anbringen (fetten nicht unbedingt notwendig).
- Das Wasserbad auf ca. 40-50 ^{o}C einstellen und mit dem Beginn der Destillation warten bis die Temperatur erreicht ist. Bei leichtflüchtigen Verbindungen wie Ether, Dichlormethan eher max. 40 ^{o}C verwenden.
- Den Kolben in das Wärmebad eintauchen und mit hoher Drehzahl rotieren lassen. Je höher die Drehzahl umso geringer das Risiko eines Siedeverzugs. Dabei aber auf runden Lauf achten. Ist der Lauf unrund, muss die Drehzahl gesenkt werden.
- Das Vakuum langsam senken bis die Destillation einsetzt.

Befüllung des Kolbens über die Leitung vom Kücken in den Vorlagekolben. Die Teflonleitung ermöglicht ein Befüllen des Vorlagekolbens durch Einsaugen. Dies erleichtert die Arbeiten insbesondere beim Redestillieren.

Zum Abbruch der Destillation, Belüftung der Apparatur

heben Sie den Abdampfkolben aus dem Wasserbad heraus und stellen dabei möglichst rasch auch den Motor ab, da sonst das am Kolben anhaftende Wasser umherspritzt. Danach wird die Anlage belüftet. Die Belüftung geschieht vorteilhaft über ein Ventil am

Controller und nicht am evtl. noch vorhandenen Hahn (1), weil in diesem Fall die Frischluft am Controller einströmt und deshalb die im System vorhandenen Substanzdämpfe vom Controller fortgeblasen werden. Dies dient zum Schutz der Messzelle des Controllers.

Wahl der Wasserbadtemperatur, Befüllen des Wärmebades

In den meisten Fällen wird eine Wasserbadtemperatur von etwa 40-50 °C optimal und Sie können das Bad über den ganzen Arbeitstag auf dieser Temperatur halten. Lediglich für die niedrig siedenden Lösungsmittel Diethylether und Dichlormethan ist eine niedrigere Temperatur (etwa 40 °C) günstiger. Ist die Temperatur des Wasserbades zu hoch, so können Sie das zu heiße Wasser abgießen und mit frischem, demineralisiertem Wasser auffüllen.

Wenn mal wieder etwas übergesprudelt ist ...

muss der Rotationsverdampfer gereinigt werden. Am besten geschieht dies zwar durch Zerlegen des Verdampfers. Da das Übersprudeln wegen falschem Betrieb ständig geschieht wäre das unzählige Zerlegen und Zusammenbauen aber nicht nur lästig sondern auch schädlich für das Gerät. Legen Sie Spülaceton vor und rotieren es ab zunächst ohne die Kühlung anzuschalten. Dadurch kann der ganze Kühler ausgewaschen werden.

Wartung/Maßnahmen bei Störungen:

Mangelhaftes Vakuum wird häufig durch eine verschlissene Dichtung (4) verursacht. Informieren Sie einen Assistenten, wenn die Dichtung gewechselt werden muss. Zuvor müssen Sie Quellen ausschließen. Dazu sind alle Schliffe und Schlauchverbindungen zu überprüfen. Bei sonstigen Funktionsstörungen schalten Sie das Gerät ab, am besten stellen Sie es stromlos und informieren den Assistenten.

ACHTUNG: Die **Kunststoffabdeckungen** dürfen **<u>nicht</u> mit Aceton** abgewaschen werden. Wenn eine Reinigung nötig ist, **<u>muss</u> Ethanol** verwendet werden.