

XELSIUS – Rückflusskühler in der Praxis

UNTERSUCHUNGEN ZUR EFFIZIENZ DES RÜCKFLUSSKÜHLERS



Executive Summary:

Die Verwendung eines Rückflusskühler vermindert signifikant den Verlust an Lösemitteln bei längeren Reaktionen. Um Abdampfverluste des Lösemittels niedriger als 20 mg/h zu erreichen wird eine Kühlwassertemperatur von ca. 50K unterhalb des Siedepunktes des Lösemittels empfohlen.

Keywords

Rückflusskühler vermindert signifikant den Verlust an Lösemitteln auch bei geringen Öffnungen gegenüber der Atmosphäre.

Kühlertemperatur soll 50 K unterhalb des Siedepunktes liegen.

nevoLAB GmbH

Am Gehrenbach 8

D 88167 Maierhöfen

phone: +49 (0) 8383 929 566 0

email: info@nevolab.de

www.nevolab.de

Eine wichtige Voraussetzung für Reaktionen mit längerer Reaktionszeit ist der Umstand, dass am Ende noch genügend Lösemittel vorhanden ist, und dass während des gesamten Reaktionsprozesses definierte und konstante Konzentrationsverhältnisse im Reaktor vorherrschen. Reaktionstemperaturen, die über oder nahe am Siedepunkt des eingesetzten Lösemittels liegen, erfordern den Einsatz eines effizienten Rückflusskühlers.

Ziel dieser Untersuchung ist es, dem Anwender praktische Erfahrungen an die Hand zu geben, wie groß der Effekt der Rückflusskühlers am Parallelsynthesereaktor XESLSIUS zu bewerten ist.

Was groß ist der Effekt des Rückflusskühlers bei Reaktionen?

Versuchsaufbau:

Es wird mit drei Lösemitteln exemplarisch untersucht, wie viel Lösemittel nach einer definierten Zeit aus dem Reaktionsgefäß verloren geht, wenn das Reaktionsgefäß konstant 10°C über den Siedepunkt beheizt wird. Der Abdampfverlust wird gravimetrisch bestimmt. Das Lösemittelvolumen beträgt 4 ml.

	Ethanol	Acetone	Water
Reaktor Temperatur	88°C	66°C	110°C
Siedepunkt	78°C	56°C	100°C

TABELLE 1: SIEDEPUNKTE UND REAKTORTEMPERATUREN DER GEWÄHLTEN LÖSEMittel

Das Lösemittel wurde in ein Low Volume Vial mit einem GL 25 gegeben, mit einem Magnetrührfisch versehen und mit einem Schraubdeckel und Septum verschlossen. Zum Austausch mit der Atmosphäre wurde das Septum mit Nadel durchstochen. Innendurchmesser: 0,4 mm, Nadellänge: 69 mm

Das Gewicht des Vials wurde zu Anfang und jeweils nach 1 h bzw. nach 2 h bestimmt.

Der Versuch wurde einmal mit und einmal ohne Rückflusskühler durchgeführt. Die Temperatur des Kühlwassers betrug 20,0°C



	Ethanol	Acetone	Water
t = 0	0,0%	0,0%	0,0%
1 h	-0,5%	-2,2%	-0,2%
2 h	-0,7%	-6,5%	-0,4%
t = 0	0,0%	0,0%	0,0%
0,5 h	-0,6%	-14,2%	-0,4%
1,0 h	-0,8%	-32,4%	-0,2%
2,0 h	-1,5%	-58,5%	-0,3%

TABELLE 1: PROZENTUALE ABNAHME DES LÖSEMITTELVOLUMENS, OBEN MIT RÜCKFLUSSKÜHLER , UNTEN OHNE RÜCKFLUSSKÜHLER

Verlust in mg	Ethanol	Acetone	Water
Nach 1 h	-14	-72	-9
Nach 2 h	-22	-208	-16
Nach 0,5 h	-18	-425	-14
Nach 1,0 h	-23	-970	-9
Nach 2,0 h	-43	-1752	-10

TABELLE 2: ABNAHME DES LÖSEMITTELS ABSOLUT, OBEN MIT RÜCKFLUSSKÜHLER, UNTEN OHNE RÜCKFLUSSKÜHLER

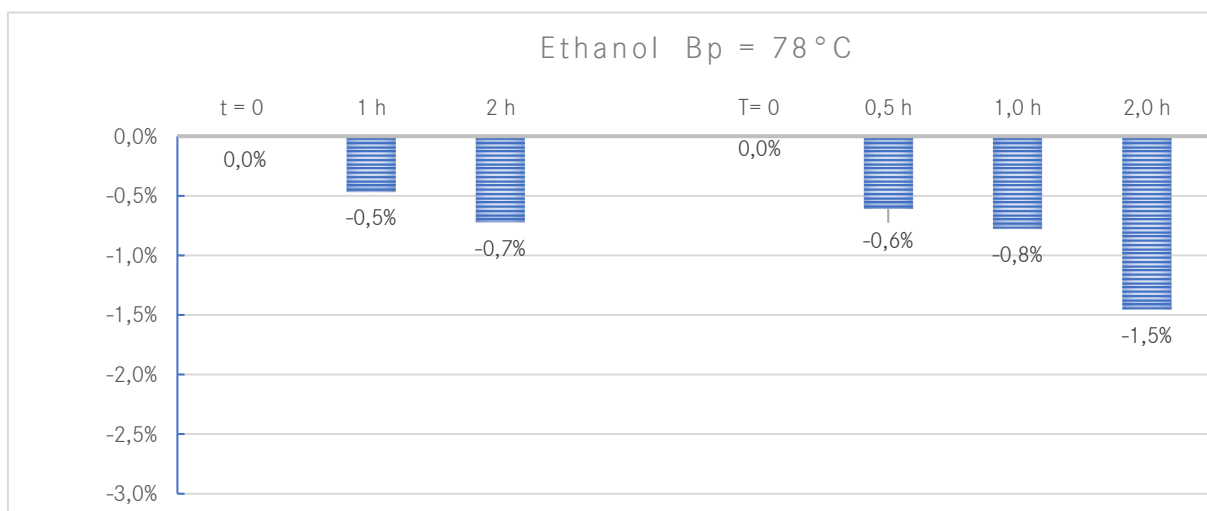


BILD 1: GRAFISCHE DARSTELLUNG DER ABDAMPFVERLUSTE BEI ETHANOL

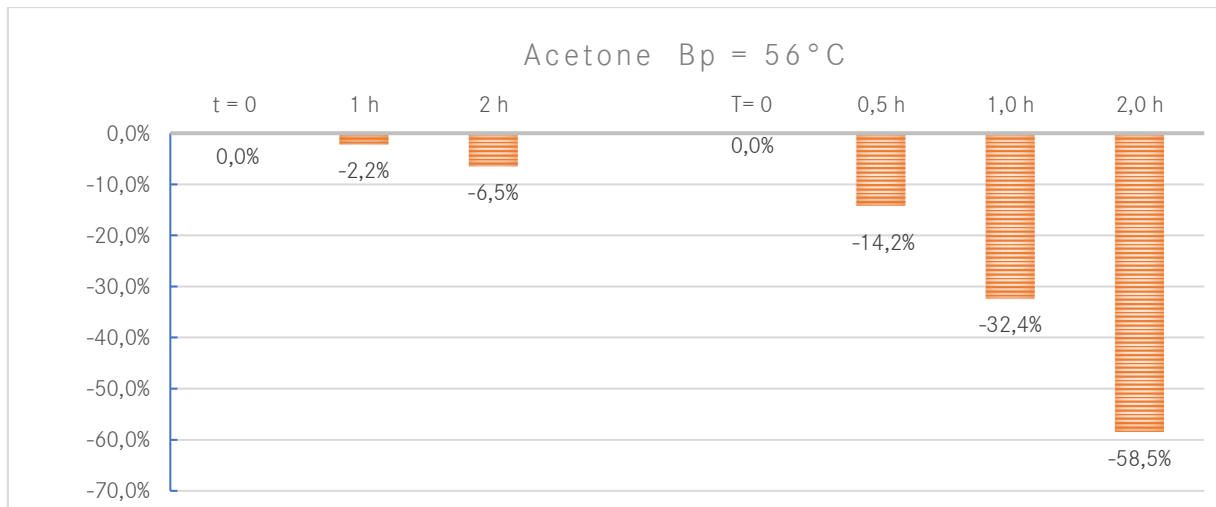


BILD 2: GRAFISCHE DARSTELLUNG DES ABDAMPFVERLUSTE BEI ACETON

In den Diagrammen sind auf der linken Seite die Ergebnisse mit Rückflusskühler dargestellt und auf der rechten Seite beim Versuch ohne Rückflusskühler.

Es zeigt sich eine signifikante Reduzierung der Abdampfverluste besonders bei niedrig siedenden Lösemitteln.

Bei einer Kühlwassertemperatur ca. 25K unterhalb des Siedepunktes kann der Abdampfverlust um den Faktor 10 reduziert werden.

Bei einer Differenz der Siedetemperatur zur Kühlertemperatur größer als 50K kann mit einem Verlust von weniger als 20 mg/h gerechnet werden. Die Kühlertemperatur sollte demnach mehr als 50 K unter der Siedetemperatur des Lösemittels gewählt werden.

*Fazit: Verbesserungen
bei Niedrigsiedern um
circa Faktor = 10.*