

Abb. 1: Das Hei-Volume Distimatic Pro Modul lässt sich mit bestehenden Großrotationsverdampfern der Hei-VAP Industrial Serie kombinieren und wertet diese zu einem automatisierten Komplettsystem auf. ►

Die autarke Lösung aus Rotationsverdampfer und Hei-Volume Distimatic Pro Modul kann unbeaufsichtigt Tag und Nacht betrieben werden. Dank der automatischen Rückstandsentsorgung entfällt eine manuelle Entnahme während des Prozesszyklus. Dadurch besteht die Möglichkeit, viel größere Mengen zu verarbeiten, als es das Volumen einer Kolbenfüllung zulässt.



Automatikmodul für Rotationsverdampfer

Rückstandsentsorgung erlaubt unbeaufsichtigten Dauerbetrieb

Viele Labore erwerben Lösungsmittel aus Kostengründen im technischen Reinheitsgrad. Damit diese eine für die Synthese geeignete Reinheit erhalten, müssen sie jedoch zunächst destilliert werden – ein Vorgang, der im Laboralltag sehr viel Zeit kostet. Erfolgt dies bspw. mit manuell betriebenen Rotationsverdampfern, ist eine regelmäßige Anpassung der Parameter und Überwachung durch das Personal notwendig, um eine optimale Systemauslastung zu gewährleisten. Zudem bleiben Pflanzenextrakte und Synthesestufen häufig nach der Verarbeitung mit dem Rotationsverdampfer als viskoses Öl im Rotationskolben zurück. Dieser muss dann erst manuell entleert werden, bevor ein neuer Zyklus gestartet werden kann. Abhilfe schafft hier das neue Automatikmodul Hei-Volume Distimatic Pro von Heidolph Instruments.

Verdampferkolben wird automatisch nachgefüllt

Die autarke Lösung aus Rotationsverdampfer und Hei-Volume Distimatic Pro Modul kann unbeaufsichtigt Tag und Nacht betrieben werden. Dabei füllt das Modul den Verdampferkolben automatisch je nach gewähltem Betriebsmodus nach. Verschiedene Sensoren im Kollektorgefäß und im Rotationskolben überwachen den Prozessverlauf und triggern entsprechende

Aufgaben wie die Entleerung des Destillats oder Rückstands durch Überdruck. Dank der automatischen Rückstandsentsorgung entfällt eine manuelle Entnahme während des Prozesszyklus. Dadurch besteht die Möglichkeit, viel größere Mengen zu verarbeiten, als es das Volumen einer Kolbenfüllung zulässt.

Durch die sensorüberwachte Automatisierung werden konstante Bedingungen für die Verdampfungsprozesse sichergestellt, unabhängig von Medium und Volumen. Dank der selbstarbeitenden Nachspeisung lassen sich auch Mengen bis zu 1.000 l Hexan am Tag mit einem automatisierten Großrotationsverdampfersystem umsetzen, da auch der Kolbenwechsel entfällt. Auf diese Weise können bspw. bis zu 44 l Hexan, 14,6 l Ethanol oder 4,6 l Wasser in einer Stunde verdampfen. Im Vergleich zu einem 8-stündigen Arbeitstag mit einem gewöhnlichen Großrotationsverdampfer ergibt sich ein um den Faktor 3 höherer Durchsatz. Das Entfallen von Rüstzeiten, wie dem Befüllen des Rotationskolbens, erhöht die Effizienz des Systems zusätzlich.

1.000 l Hexan pro Tag dank vollautomatischer Überwachung

Das Funktionsprinzip des Automatikmoduls beruht auf drei automatisch ablaufenden Schritten: Zunächst wird das Medium aus einem



Jürgen Heyder,
Heidolph Instruments

Vorlagebehälter in den Rotationskolben gefüllt. Standardmäßig ist dies ein 20 l-Kolben. Beim anschließend startenden Verdampfungsprozess wird das dabei anfallende Destillat gesammelt und in einen angeschlossenen Behälter abgeführt. Ist eine gewisse Menge verdampft, wird schrittweise aus der Vorlage nachgeführt. Die automatische Be- und Nachfüllung des Rotationskolbens erfolgt aufgrund des Systemvakuums. Durch den Unterdruck im Rotationsverdampfer gelangt neues Medium hinein, sobald sich das Ventil am Vorlagengefäß sensor- oder zeitgesteuert öffnet. Ist keine Vorlage mehr vorhanden, schaltet das System ab. Die automatische Rückstandsentsorgung sorgt zudem dafür, dass flüssige bis viskose Rückstände, wie sie etwa bei der Verarbeitung von Pflanzenextrakten anfallen können, ebenfalls in ein angeschlossenes Gefäß ausgebracht werden. Ein Füllstand-Sensor überwacht die Rückstandsmenge im Kolben kontinuierlich. Ist der Rotationskolben mit Konzentrat gefüllt, startet die Überdruckentleerung: Das System wird belüftet und der Rückstand durch Überdruck ausgebracht. Dies erfolgt 61 % schneller als bei vergleichbaren Systemen durch Abpumpen.

Gegensieden wird verhindert

Alle Vorlagen- und Auffanggefäße können ausgetauscht werden, ohne den Verdampfungs-



◀ Abb. 2: Um ein Überlaufen zu verhindern und den optimalen Zyklus aus Verdampfen, Abführen und Nachfüllen zu gewährleisten, stellen verschiedene kalibrierfreie Sensoren den Betrieb sämtlicher Modulkomponenten sicher.

zyklus unterbrechen zu müssen. Während die Rückstände direkt in einen Behälter der Wahl gepresst werden, gelangt das Destillat zunächst in ein Kollektorgefäß mit Destillat-Kühlung, das den klassischen Auffangkolben ersetzt. Die Kühlung verhindert das unerwünschte Gegen-sieden leichtflüchtiger Lösungsmittel. Auch die sensorgesteuerte Entleerung des Kollektors arbeitet mit Überdruck. Dazu wird das Kollektorgefäß zunächst separat belüftet und dann durch Überdruck entleert.

Es folgt eine Evakuierung des Kollektors, bevor das Ventil zum restlichen System wieder öffnet und das Destillat weiter gesammelt wird. Die Abführung via Überdruck ist dabei 83 % schneller als herkömmliches Abpumpen. Zudem bietet das Gerät mit einem sogenannten Spülmodus die Möglichkeit, das System zu reinigen. Dabei kann ausgewählt werden, ob nur die medienführenden Schläuche und der Rotationskolben, oder das Gesamtsystem mit einem geeigneten Lösungsmittel gereinigt werden sollen.

Maximale Flexibilität und Kontrolle in der Bedienung

Um ein Überlaufen zu verhindern und den optimalen Zyklus aus Verdampfen, Abführen und Nachfüllen zu gewährleisten, stellen verschiedene kalibrierfreie Sensoren den Betrieb sämtlicher Modulkomponenten sicher. Neben einem Füllstandssensor im Rotationskolben verfügt das Automatikmodul über einen Notausensor am Verdampfer. Sollte sich der Verdampfer im Fehlerfall mit Medium füllen, schaltet sich das System automatisch ab. Es wird belüftet und ein

betriebssicherer Zustand hergestellt. Außerdem gibt es einen Sensor zur Überwachung der Vorlage. Ist sie aufgebraucht, löst der Sensor das Prozessende aus und schaltet das System inklusive Peripheriegeräte ab. Ein Sensor am Kollektorgefäß wiederum überwacht und steuert dessen Entleerung.

Die Bedienung des Automatikmoduls erfolgt über das abnehmbare Bedienpanel mit Touchscreen. Dabei bildet die grafische Darstellung mit Farbschema in Kombination mit Drückdrehrädern jederzeit ab, in welchem Zustand und Prozessschritt das System sich befindet. LED-Ringe an den Rädern verdeutlichen dies auch aus der Entfernung. Zudem kann aus

drei Betriebsmodi gewählt werden: sensorgesteuert, zeitgesteuert und manueller Modus. Dadurch kann jedes Labor und jede Arbeitsgruppe das System auf die jeweiligen Anforderungen einstellen, ohne dass umfangreiche Kalibrier- oder Umbauarbeiten notwendig sind. Während sich der manuelle Modus zur Verarbeitung kleiner Chargen eignet, können mithilfe des Zeitmodus auch sehr klebrige und zum Schäumen neigende Medien verarbeitet werden. Dafür wird lediglich eingestellt, in welchem Intervall sich das Ventil zum Kolben öffnen soll, sodass nur ein paar 100 ml in den Kolben gelangen und unmittelbar verdampfen. Schaumbildung ist somit ausgeschlossen.

Der Autor

Jürgen Heyder, Produktmanager für Rotationsverdampfer, Heidolph Instruments

Bilder © Heidolph Instruments

! Diesen Beitrag können Sie auch in der Wiley Online Library als pdf lesen und abspeichern:
■ <https://dx.doi.org/10.1002/citp.202100623>

Kontakt

Heidolph Instruments GmbH & Co.KG, Kelheim
Tel.: +499122 9920-0
sales@heidolph.de -www.heidolph-instruments.com



Abb. 3: Zum sicheren Dauerbetrieb ohne Aufsicht verfügt das Automatikmodul Hei-Volume Distimatic Pro über einen Notausensor am Verdampfer. ▶