

Vaakuumdestillatsioonist apteegi laboratooriumis

Dr. pharm. U. Kuusik



Vaakuumdestillatsioonist apteegi laboratooriumis.

Dr. pharm. U. Kuusik.

Ravimite valmistamisel on katsutud lahuseid koondada madalal rõhul juba läinud sajandil. Mõningaid andmeid niisuguste katsete tulemustest annavad 1844. a. apteekrid Meurer ja Müller. Kuna alul polnud korralikke vaakuumaparaate, toimetati esimesi katseid sel teel, et klaaskupli alla, kust õhk oli eemaldatud, asetati aurustatav vedelik ja mõni hügrokoopne aine. On arusaadav, et vaakuumdestillatsioonist kui niisugusest ei saanud siin juttugi olla. Ka leiti siis, et olemasolevad seadeldised koondamiseks madalal rõhul on liig kallid ja ei täida oma ülesannet. Mitmed autorid tõendasid, et koondades vedelikke harilikel tingimustel vesivannil saab niisama hea kvaliteediga preparaate kui koondamisel vaakuumis.

Praeguse aja aparaadid on aga oma ehituselt täiuslikud ja nende käsitlemine lihtne ning kerge. Uuema aja uurimused on ka tõestanud, et ravimite valmistamisel preparaadi kvaliteeti mõjutavad tunduvalt temperatuur ja õhu hapnik ja et vaakuumi tarvituselevõtmisega saab tunduvalt tõsta ravimite headust. See näitab, et vaakuumaparaat on tänapäeva apteegi laboratooriumi üks tähtsaimaid aparaate.

Käsitades uuemaid farmakopöasid näeme, et nad eranditult nõuavad teatud operatsioonide läbiviimist madalal rõhul. Ka eesti farmakopöas on terve rida preparaate, nagu ekstraktid ja mõned tinktuurid, millede valmistamiseks on tarvis vaakuumaparaate. Seni on Eesti apteekides veel võrdlemisi vähe tarvitatud vaakuumaparaate ja apteegid on vastavaid preparaate võtnud enamasti suuräridelt. Et aga elustada apteegi laboratooriumi, oleks soovitatav tulevikus püüda ka neid preparaate, mis nõuavad valmistamisel vaakuumaparatuuri, valmistada omas laboratooriumis, eriti, kui vastavaid preparaate tarvitatakse apteegis suuremal hulgal.

Alljärgnevalt on lühidalt käsitletud vaakuumdestillatsiooni aparaate ja neid põhimõtteid, milliseid tuleb silmas pidada mainitud tööde juures.

Vaakuumdestillatsiooni tarvitatakse peamiselt droogide väljatõmmete kuivaks aurustamisel või koondamisel, et kätte saada lahusesse läinud ekstraktaineid. Seda menetlust kasutatakse kuiv- ja vedelekstraktide valmistamisel kui ka mõnede tinktuuride valmistamisel, siis veel organoterapeutiliste preparaatide, vitamiinpreparaatide, mõnede toitainete, näit. linnase-ekstrakti, valmistamisel ja mitmesuguste kemikaalide valmistamisel.

Koondamisi ja kuivaks aurustamisi on muidugi võimalik läbi viia ka harilikel tingimustel vesivannil ja seda on ka varem vanemate farmakopöade järgi töötades apteegi laboratooriumis tehtud. Viimastel juhtudel ei ole aga peagu kunagi võimalik sageli väärtuslikku lahustusainet, alkoholi, kätte saada, ei ole ka kerge temperatuuri reguleerida ja seda nii madalana hoida kui oleks tarvis, et kõrgeväärtuslikke preparaate saada. Aurustades harilikel tingimustel soodustatakse hüdroliüütilist toimeainete lagunemist (näit. glükosiidide puhul), segamisel soodustatakse õhu hapniku tungimist vedelikku, mis mõjub oksüdeerivalt. Kõrge tem-

peratuuri tõttu paljud ained lagunevad. Ühe sõnaga, töö on ebaratsionaalne. Võttes tarvitusele vaakuumaparaadi ei ole aurustataval vedelikul kokkupuutumist õhu hapnikuga ja destillatsioonil saab läbi viia nii madalal temperatuuril kui see teatud juhul on vajalik. Toimeainete lagunemine ei saa siin kõne alla tulla.

Kogutud kondensaati, mis harilikult sisaldab alkoholi, saab ära kasutada. Esiteks võib saadud destillaadi erikaalu järgi välja arvutada alkoholi protsendi ja saadud vedelikku tarvitada sama preparaadi valmistamiseks järgmisel korral. Destillaadi veesisaldust saab ka vähendada kustutamata lubja abil, mis seob vett $\frac{1}{3}$ oma kaalust. Võib tarvitada ka Kal. carbon. crud., see seob vett natuke enam kui $\frac{1}{2}$ oma kaalust. See protsess on aga seotud teatud kuludega ja seepärast on parem destillaat niisama ära kasutada, pärast seda, kui on kindlaks tehtud tema alkoholi protsent.

Vastava aparadi valikul tuleks lahendada esijoones küsimus, milline materjal on eelistatim vaakuumaparaadi valmistamiseks. Kõne alla tuleb kas metall- või klaasaparaat. Klaasaparaatidel on palju häid omadusi, tähtsaim neist on klaasi läbipaistvus, mis võimaldab jälgida kogu aeg destillatsiooni käiku. Ka ei saa klaasaparaadi puhul sattuda preparaati mingisuguseid saastaineid, sest puhust on võimalik klaasriistade puhul paremini silmas pidada kui metallriistade juures. Klaaslihv on üldiselt paremad ja sulevad õhukindlamalt kui metall-lihv, nad ei ole ka nii tundlikud kriimustiste vastu kui metall-lihv. Klaasi ainsaks negatiivseks omaduseks on tema purunevus. Eriti suuremate klaasaparaatide käsitamisel tuleb väga ettevaatlik olla, et hoida aparati purunemast. Selle viimase põhjuse tõttu tuleks suuremate aparatidena eelistada häid metallaparaate, ja nimelt vasest, mis seest on tinutatud, või, veel parem, hõbetatud. Tinutatud aparate ei saa tarvitada, kui destillitav vedelik sisaldab happeid (nagu näit. Extr. Cinchonae valmistamisel). Metallist aparadi sees peab olema portselananum, kuhu destillitav vedelik valatakse. Väiksemaid aparate on aga soovitatav valmistada klaasist.

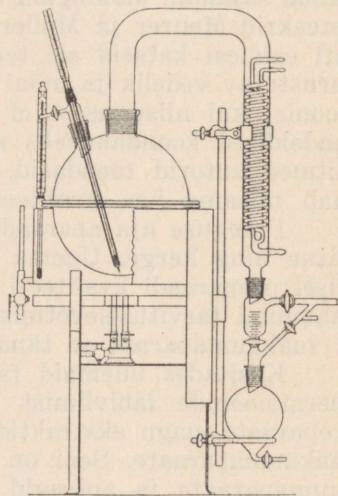
Joon. nr. 1 on antud klaasist vaakuumdestillatsiooni aparaat Friedrichs'i järgi, mis vastab kõikidele nõuetele.

Vaakuumaparaat koosneb kolmest peaosast: 1) destillatsiooni ehk aurustamise anumast, 2) jahutamise seadeldisest ja 3) õhuimemise pumbast. Üksikasjalisemalt aga võib mainida järgmisi osi: aurustamise anum, ühendustoru, jahuti, koguja, õhuimemise pump, manomeeter, termomeeter ja kütteseadeldis.

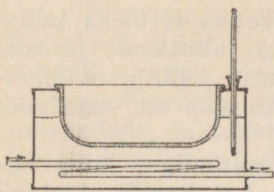
Vaakuumaparaadi suuruse valikul on tähtis, et vastavad anumad oleksid võimalikult väikesed, vastavalt destillitava aine hulgale. Seda tuleb eriti silmas pidada, kui kasutatakse õhuimemise pump pole eriti võimas. Mida väiksema mahuga on vaakuumaparaat, seda mõjuvamalt saab ära kasutada pumpa. Mida tugevam on pump, seda kergem on hoida konstantset rõhku, — viimane nõue on aga töötamise juures esimese järgu tähtsusega.

Destillatsioonianumat ei tohi asetada lahtisele tulele, vaid ta tuleb alati asetada vesivannile (välja arvatud erijuhud). Vesivanni kuumutatakse kas elektri või gaasiga. Kui on olemas aur, siis võib seda hea eduga kasutada soojuseallikana, kuid destillatsioonianumat ei tohi asetada otse auru sisse, sest auru temperatuur on 100° ja seepärast ei ole võimalik temperatuuri hoida vajalikul kõrgusel. Auruga tuleb vaid vesivanni temperatuuri tõsta vajalikule tasemele ja seda auru kraani abil reguleerida.

Joon. nr. 2 on näidatud, kuidas on otstarbekohane auru ära kasutada vaakuumaparaadi vesivanni soojendamiseks.



Joon. 1.



Joon. 2.

tohi farmakopöa järgi üle 20° kõrgem olla kui maksimaalne aurustatava vedeliku temperatuur. Tegelikult ei tohiks vesivanni temperatuuri kõrgemale tõsta kui piirini, mis on maksimaalseks temperatuuriks antud vedelikule, sest kui destillatsioon katkestada, tõuseks destillatsioonianumas oleva vedeliku temperatuur otsekohe vesivanni temperatuuri kõrguseni. Šveitsi farmakopöa järgi on vesivanni temperatuuri lubatud tõsta ainult 10° võrra kõrgemale. Üldiselt on aga olukord niisugune, et vaakumdestillatsioonil on soojuse tarvidus võrdlemisi suur ja 10° -line temperatuuride vahe on kindlasti liig väike. Ka 20° -line vahe on sageli madal, eriti kui on suurem hulk destillitavat vedelikku. Destillatsioon on siis väga aeglane. Arvestades seda soovitab Kummer vesivanni ja destillitava vedeliku temperatuuri vaheks 30° , kuid ta soovitab sel juhul vesivanni sisse ehitada külma vee toru sel kujul, nagu aurutoru joon. 2, kust vajaduse korral saaks läbi juhtida külma vett, et alandada vesivanni temperatuuri (näit. destillatsiooni lõpetamisel või katkestamisel).

Liig tugevast kuumutamisest tuleb tingimata hoiduda, kuna tekib liig intensiivne keemine, selle tagajärjel vedeliku pritsimine, vahutamine ja kloppimine. Anuma külgedel, kus pole enam vedelikku, kuivavad ekstrakti osad ära ja võivad liig kõrge temperatuuri tõttu muutuda lahustumatuteks.

Aurustamise anumana võib tarvitada kolbi või portselananumat, millele asetatakse klaas- või metallkuppel. Kupli ja portselananuma vahele asetatakse kummirõngas. Kui aga anuma ja kupli vahel on $1\frac{1}{2}$ —2-sm laiused lihvitud pinnad, siis ei ole kummirõngast tarvis. Destillatsioonianum tuleb tingimata varustada termomeetriga, ja nimelt nii, et termomeeter ulatuks vedelikku võimalikult sügavale, sest töö juures on tähtis mõõta vedeliku, mitte aga aurude temperatuuri. (Joon. 1.) Kõrvaltuubusse on ühes termomeetriga asetatud kapillaartoru, mil on väljaspool kraan. Selle toru kaudu saab aparati töötamise ajal lisada uut vedelikku. Sama toru kaudu võib töötamise ajal juhtida aparati ka õhku, et soodustada keemist. Soovitav on mainitud otstarbeks tarvisminevat klaastoru mitte kapillaariks tõmmata, vaid seda niikaua leegil kuumutada, kuni avaus on läinud nii väikeseks kui tarvis. Nii saadud klaastoru on palju vastupidavam kui kapillaariks tõmmatud toru.

Aparaadi suurus üksi pole mõõduandev tema võime kohta. Tähtis on, et üksikute osade vahel oleks teatud kooskõla. Nii omab suure tähtsuse ühendustoru, mis ühendab destillatsioonianumat jahutiga. Kõrvalolev tabel selgitab käesolevat küsimust.

See suur auru hulk, mille maht suureneb vaakuumi tõusuga, peab ühendustoru kaudu pääsema jahutisse ja seepärast on täh-

Apteegi laboratooriumis töötatakse harilikult rõhuga kuni 50 mm, kusjuures on nõue, et aurustatava vedeliku temperatuur ei tohi tõusta üle 50° . Kuigi paljud preparaadid kannatavad ka kõrgemat temperatuuri, on ka neid, mis on väga tundlikud kõrgete temperatuuride vastu, ja seepärast on vajalik hästi reguleeritav soojuse allikas, mida on võimalik pidevalt hoida teatud kõrgusel. Vesivanni peab asetatama termomeeter (joon. 1), et töötamise ajal temperatuuri pidevalt kontrollida, sest vesivanni temperatuur ei

Tabel nr. 1.

1 kg auru maht vastavalt temperatuurile ja rõhule:

A i n e	Rõhk mm	Temperatuur	Auru maht
V e s i	760	100°	1,69 m ³
	100	52°	11,25 „
	52	40°	20,83 „
	30	29°	36,17 „
A l k o h o l	760	77°	0,625 m ³
	130	40°	3,25 „
	100	35°	4,17 „
	50	22°	7,99 „

tis, et ühendustoru läbimõõt oleks nii suur, et aurude läbipääsuks ei oleks takistust. Vaakuumdestillatsiooni juures välisõhk peaaegu ei mõju jahutavalt ja seetõttu peab kogu aur niisugusena läbistama ühendustoru. Joon. 1 näitab, et ühendustoru on sama läbimõõduga kui jahuti ja seega aurude läbipääs on väga soodustatud

Jahutina on parem tarvitada püstjahutit kahekordse spiraaliga, kuna see vajab vähem ruumi ja on ka suurema jahutamise pinnaga kui harilik Liebig'i jahuti. Säärane on antud joon. 1 ja see on täiesti otstarbekohane.

Kogujaks võib tarvitada harilikke 2—3 tuubusega Woulff'i pudeleid või ka erilise kujuga anumaid (vt. joon. 1). Tähtis on, et kogujaga mitte asjata suurendada vaakuumaparatuuri mahtu, vaid koguja tuleb nii sisse seada, et aparaadi töötamise ajal oleks võimalik kogujast destillaati eemaldada ilma tööd katkestamata. Joon. 1 on kogujaks kaks anumad, üks ülemine ja teine alumine. Vastavate kraanide abil on võimalik kogujast destillaati eemaldada sel teel, et alumine anum lülitatakse vaakuum-süsteemist välja ja destillaat kogutakse selle aja vältel ülemisse kogujasse. Ülemine anum on gradueeritud ja määratud eriliseks otstarbeks, näit. kui soovitakse kindlaks teha destillaadi hulku, kogudes üksikuid fraktsioone. Kummer'i poolt konstrueeritud aparaadil on kogujateks harilikud Woulff'i pudelid, mis on vastava kraaniga ühendatud nii, et destillaati on võimalik eemaldada samuti katkestamata destillatsiooni (vt. 13, joon. 115).

Koguja ühendatakse harilikult manomeetriga (kas järjestikku või paralleelselt). Farmatseutiliste tööde juures tarvitatakse peamiselt mehaanilisi manomeetreid, kuna elektrilised ja optilised on mõeldud ainult kõrgete vaakuumide mõõtmiseks. Tarvitatakse peamiselt kaht liiki manomeetreid: 1) elavhõbe-baromeetri printsiibil ehitatud manomeetreid ja 2) aneroidbaromeetri printsiibil töötavaid metallist manomeetreid. Mõlemad sarnlevad oma põhimõtte poolest hariliku baromeetriga, selle vahega, et nende ehitus võimaldab määrata mitte atmosfäärset rõhku, vaid rõhku, mis on madalam atmosfäärsest rõhust, ja nimelt 760 mm-st alla poole kuni 0-ni. Kuna baromeetreina on enamasti tarvitusel metall-aneroidriistad ja ainult teaduslike tööde juures tarvitatakse elavhõbe-baromeetreid, on farmaatsias otstarbekohasem manomeetritena tarvitada just elavhõbe-manomeetreid ja seda järgmisil põhjusil: metallist manomeetrid on enamasti ca 6—10 sm läbimõõduga ja skaala pikkusel ca 4 sm on olemas jaotused 0—760 mm. Osuti edasinihkumisel 1 mm võrra on rõhk muutunud 15—20 mm võrra. On selge, et nii ebatäpse riistaga farmaatsias edukalt töötada ei saa.

Elavhõbe-manomeetrid on enamasti  kujulised. Kuna töötatakse harilikult rõhul, mis on madalam kui 150 mm, siis ei ole mõtet manomeetriks võtta nii pikka klaastoru, mis võimaldaks rõhu määramist alates 760 mm. Arvestades seda on vastav klaastoru lühendatud ja tarvitatakse n.-n. lühendatud manomeetrit, mis võimaldab rõhku määrata alates 180 või 150 mm peale.

Elavhõbe-manomeetri täitmisel evakueeritakse selle klaastoru ja täidetakse ta siis elavhõbedaga, mis peab tingimata olema õhuvaba. Kui manomeetri evakueerimiseks on tarvitatud veejoapumpa, siis ei näita niiviisi täidetud manomeeter õiget rõhku, kuna tema sisse jääb alati teatud hulku õhku. Torusse jääb vähimalt niipalju õhku, et selle rõhk on võrdne veeaurude tensioonile vastava temperatuuri juures. See tähendab, et

18° C	juures jääb vähimalt	15,5 mm	õhku
20° C	"	"	17,5 " "
22° C	"	"	20,0 " "

Seetõttu võib tekkida olukord, et elavhõbede samba peal olev tühjus ei ole mitte n.-n. Toricelli tühjus, vaid hõrendatud õhk, ja manomeeter võib näidata „negatiivset“ vaakuumi. Seepärast näitab elavhõbe-manomeeter ainult siis tõelisi andmeid, kui ta on täidetud õhuvaba elavhõbedaga ja täitmisel on tarvitatud sobivat õhupumpa.

Tähtsaimaks osaks vaakuumaparaadi juures on kahtlemata õhuimemise pump. Boyle'i (1662) ja Mariotte'i (1679) seaduse järgi on gaaside maht ja rõhk suletud anumad vastuproportsionaalsed. See tähendab, et kui soovitakse mõnes anumad õhurõhku vähendada, siis tuleb selles anumad oleva õhu mahtu vastavalt suurendada, takistades aga välisõhu pääsemist antud anumasse. Sel põhimõttel on ehitatud kolbpumbad.

Vanasti olid tarvitusel ainult kolbpumbad. Nad leiutati O. Guericke poolt 1650. a., kuid et neil on palju puudusi, siis tarvitatakse neid praegu vaid õppe- ja mitmete teoreetiliste küsimuste puhul, mitte aga tööde juures laboratooriumis vaakuumaparaatide evakueerimiseks. Kolbpumbad on välja tõrjutud praeguse aja moodsamate ja otstarbekohasemalt töötavate pumpade poolt.

Kõige enam on väiksemate aparaatidega töötamisel tarvitusel n.-n. veejoapumbad. Põhimõtteks on siin, et tugev veejuga kisub enesega kaasa aparaadist õhku. Pumba võime oleneb veejoa tugevusest ja „dүүsi“ suuruselt. Negatiivseks küljeks on asjaolu, et aparaadi suleb välisõhust veejuga, mis „dүүsi“ juurest õhku kaasa kisub; kui veejoa rõhk väheneb, mis tihti juhtub, tuleb ette, et välisõhu rõhk siserõhu suhtes on tugevam kui imemise võime ja vesi tungib aparaati, kui seda ei takista vastav ventiil. Pealeselle tuleb siin kõne alla veel aurupinge. Kui õhuhõrendus aparaadis on jõudnud piirini, mis antud temperatuuri juures vastab pumba vee aurupingele, siis aurab veejoapumba vesi aparaadi sisse ja pumba imemise võime lakkab. See veejoapumba piir on umbes 13 mm, kui vee temperatuur on ca 15° C.

On olemas ka n.-n. elavhõbedajoa-pumbad. Need on aga kõrge vaakuumi saamiseks ja neid tarvitatakse ainult eriotstarbega ja teaduslike tööde juures.

Õlipumbad on praegu kõige paremad, kuid nende tarvitamisel tuleb silmas pidada, et õlisse ei satuks aineid, mis võiksid õli aurupinget tõsta, nagu alkohol, eeter ja ka vesi. Need ained võiksid õli kõlbmatuks muuta ja pumba töö ei oleks enam korras.

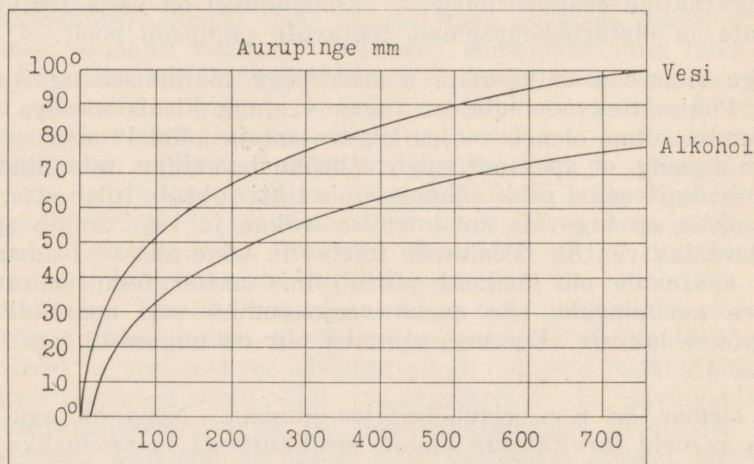
Mainitud pumpade kohta tuleks üldiselt tähendada, et kolbpumbad on tarvitamiseks täiesti kõlbmatud. Nendega saavutatud vaakuum ei vasta vajalikule kõrgusele ja seetõttu on raskusi vastava madala temperatuuri saamisega. Praktiliselt tulevad kõne alla ainult veejoa- ja õli-rotatsiooni-pumbad. Veejoapumpade imemisvõime on võrdlemisi hea, kui vee rõhk on küllalt tugev. Paremad veejoapumbad suudavad tunni vältel välja imeda 1 m³ õhku, kui vee rõhk on 3,5 atm., tarvitades seejuures 600 l vett tunnis. Vaakuumi kõrgus, mis saavutatakse veejoapumbaga, on, nagu eelpool mainitud, ca 13 mm ja oleneb vee temperatuurist. Kui vaakuum-süsteem on suurem, võib paralleelselt lülitada ka kaks veejoapumpa. Õlipumbad on väga mitmesuguse võimega ja omadustega ning võrdlemisi kallid, eriti need, mis annavad õige kõrget vaakuumi. Õlipumba valikul pole tähtis, et pumba võime vaakuumi kõrguse suhtes oleks alla ühe mm, sest nii kõrget vaakuumi niikuinii tavalist tööde juures ei tarvitata. Kõrget vaakuumi andev pump on aga kallis.

Õlipumba kasutamisel on tähtis valida ka õige võimega mootor. Pumba jõutarvitus tõuseb 0-st ja omab maksimumi 120—60 mm juures, kõrgema vaakuumi juures langeb jõutarvitus jälle. Pumba mootor tuleks seepärast valida maksimaalse jõutarvitus järgi, mitte aga, nagu harilikult, 20% võrra nõrgem, sest ollakse arvamisega, et iga mootor võib lühikest aega 25% ülipingutust välja kannatada ja et pump jõuab kiiresti üle piiri (s. o. 120—60 mm), kus on maksimaalne jõutarvitus. Peab ka tähendama, et energia- (elektri-) kulu ei ole mitte väiksematel mootoritel väiksem, kui nad on üle koormatud, kui vastavalt suurema mootori puhul. Harilikult mootor tarvitab niipalju energiat kui on tema koormatus. Kui aga töötada 70—30 mm rõhu juures ja pidevalt õhku sisse juhtida, siis töötab pump kogu aja maksimaalse koormatuse all.

Kui asuda tegeliku destillatsiooni läbiviimise juure, siis tuleb teatud tingimusi silmas pidada. Olgu alljärgnevalt kirjeldatud neid tingimusi, millede juures vaakuumdestillatsioon soodsalt korda läheb.

Vedelik keeb siis, kui tema aurupinge on võrdne tema peal olevale õhurõhule. Rõhu muutmisega võib vedelikul lasta keeda igal soovitud temperatuuril. Vähendades rõhku keeb vedelik madalamal temperatuuril, suurendades — kõrgemal t° -il.

Alljärgnevalt on kujutatud vee ja alkoholi aurupinge olenevalt temperatuurist:



Büchi annab vastava tabeli, mis näitab mõnede vedelike aurupinget vastavate temperatuuride juures:

Tabel nr. 2.

Temperatuur	Vedelikkude aurupinge mm			
	Vesi	Alkohol	Atsetoon	Eeter
0	—	12,7	70,0	184,4
5	6,5	17,7	89,2	
10	9,2	24,1	115,6	286,8
15	12,8	32,6	147,1	
20	17,5	44,0	185,0	432,7
25	23,8	59,0	229,2	
30	31,8	78,4	282,7	634,8
35	42,8	100,0	346,4	
40	55,3	133,7	421,5	907,0
45	71,9	170,0	510,5	
50	92,5	219,9	612,5	
55	118,0	275,0		
60	149,4	350,2	860,5	

Teatavasti vedeliku keemisel, s. o. auruks muutumisel, on tarvis mitte ainult seda soojuse hulka, mis tõstaks vee temperatuuri 100° -ni või vastava keemise temperatuurini, vaid vee soojuse hulka, et antud vedelikku auruks muuta. See soojuse hulk on vee juures 100° -il 536,5 kal. Ka madalamal rõhul vajab vesi suurt soojuse hulka auruks muutumiseks. Nii näiteks 60° juures juba 564,6 kal. ja 50° juures 571,8 ning 20° juures koguni 587,7 kal.

Et tegelikult auru kogu soojusesisaldus rõhu langemisega on väiksem, ole-
neb sellest, et vedelik ei sisalda enam nii suurt soojuse hulka. Alljärgnev tabel
Zeuner'i järgi näitab ~~käesoleva küsimuse~~ üksikasju vee auramisel:

Tabel nr. 3.

Tempera- tuur C°	Rõhk mm	Soojuse hulk kal.		Auramise soojus kal.
		Vedelikus	Aurus	
0	4,60	0,0	592,67	592,67
10	9,17	10,0	600,87	590,87
20	17,39	20,01	607,73	587,72
30	31,55	30,03	613,43	583,41
40	54,91	40,05	618,09	578,04
50	91,98	50,09	621,89	571,80
60	148,79	60,14	624,80	564,66
70	233,08	70,20	627,85	557,85
80	354,62	80,28	630,90	550,62
90	525,39	90,38	633,95	543,57
100	760,0	100,50	637,00	536,50
110	1075,37	110,64	640,05	529,41
120	1491,28	120,81	643,10	522,29
130	2030,28	131,0	646,15	515,15
140	2717,63	141,22	649,20	507,99
150	3581,23	151,46	652,25	500,79

See tabel selgitab ka, et aurustamisel vedeliku temperatuur tingimata lan-
geb, kui soojust juure ei tule, kuna auramine tarvitab ära palju soojust. Kui
vedeliku temperatuur on langenud ja vaakuum tõstetud vajalisele tasemele,
hakkab ta uuesti keema, kuni vastav soojuse hulk on ära tarvitatud ja vedeliku
temperatuur jälle langenud. Sellest selgub ka, et toatemperatuuril ei ole võimalik
ka väga kõrge vaakuumi puhul vedelikku auruks muuta, kui soojuse juurevool
puudub. Auramisel on soojuse tarvitus nii suur, et näiteks väheste veehulgaga
ilma soojuseta on kõrge vaakuumiga võimalik väikest veehulka jääks muuta.

Kondensatsioonil on protsess vastupidine. Auramise soojuse tõttu on auru
suur soojusesisaldus ja see soojuse hulk on madalal rõhul ainult seepärast vähe-
sel määral väiksem kui 100° juures, et madalal temperatuuril vedeliku soojuse-
sisaldus on väiksem. Igale juhul peab kogu soojuse hulk jahutava vee poolt vastu
võetama, sest muidu on võimalu aurused vedelikuks kondenseerida. Kondensatsioo-
nil on vaakuumdestillatsiooni juures tähtsus mitte üksnes seepärast, et destillaati
kätte saada, vaid ka seepärast, et destillatsioon läheb paremini korda, kui aurud
kondenseeruvad ja õhuimemise pumpa üle ei koorma. Kui aurud täieliselt konden-
seeruvad, peab õhupump aparaadist algul ainult seal oleva õhu välja imema ja
edaspidi ainult püsivat vaakuumi alal hoidma. Mittekondenseerunud aurud pääse-
vad aparaadist välja ainult pumba kaudu. Kuivõrd suur töö pumbal oleks soori-
tada ja kuivõrd suure võimega pump peaks olema, kui kondensatsioon on puudu-
lik, selgitab eespool antud tabel nr. 1. Õlipumba tarvitamisel on pumbale ka kah-
julik, kui temast aurud läbi lähevad, sest osa destillaati jääks õlisse ja õli muu-
tuks varsti kõlbmatuks. Veejoapumpa aurud muidugi ei riku, kuid ta oleks üle
koormatud, seetõttu vaakuum liig madal ja destillatsiooni tingimused mittevastu-
võetavad.

Kuna küsimus, et korralik jahutamine on tingimata vajaline, on selge, tekib
uus küsimus: kuidas seda ratsionaalselt saavutada. Selle küsimuse lahendamisel
on tähtis faktor jahutamise vee temperatuur ja vaakuumi kõrgus. On välja töö-
tatud vastavad tabelid, mis näitavad, kuidas arvesse võtta jahutamisevee tem-
peratuuri vaakuumdestillatsiooni. Alljärgnevas tabelis on esimeses veerus jahu-
tamisevee temperatuur, teises ja neljandas vee ja alkoholi aurupinge samal tem-
peratuuril ja kolmandas ja viiendas töötamiseks sobiv vaakuumi kõrgus.

Tabel nr. 4.

Jahut. vee t°	Vee		Alkoholi	
	aurupinge mm	destillat- siooni min. rõhk	aurupinge mm	destillat- siooni min. rõhk
I.	II.	III.	IV.	V.
2	5,3	7	14,6	21
3	5,7	8	15,6	23
4	6,1	8	16,6	24
5	6,5	9	17,7	26
6	7,5	10	18,8	27
7	7,0	10	20,0	29
8	8,0	11	21,3	31
9	8,6	12	22,7	33
10	9,2	13	24,1	35
11	9,8	13	25,6	38
12	10,5	14	27,2	40
13	11,3	15	28,9	42
14	12,0	16	30,7	44
15	12,8	17	32,6	47
16	13,6	18	34,6	50
17	14,5	19	36,8	53
18	15,5	20	39,1	56
19	16,5	22	41,5	59
20	17,5	23	44,0	63
21	18,6	24	46,7	66
22	19,8	26	49,6	70
23	21,0	27	52,6	74
24	22,4	29	55,7	78
25	23,8	31	59,0	82

Antud tabeli järgi töötades on aurustatava vedeliku temperatuur 4—6° kõrgem kui jahutava vee temperatuur. Büchi leiab aga, et see temperatuuride vahe on liig väike, ja soovib vähimalt 10°-list temperatuuride vahet. Tema poolt on antud töötamiseks alljärgnev tabel:

Tabel nr. 5.

Jahut. vee t°	Vee		Alkoholi	
	aurupinge mm	destillat- siooni minim. rõhk	aurupinge mm	destillat- siooni minim. rõhk
I.	II.	III.	IV.	V.
2	5,3	11	14,6	27
4	6,1	12	16,6	31
6	7,0	14	18,8	35
8	8,0	16	21,3	40
10	9,2	18	24,1	45
12	10,5	20	27,2	50
14	12,0	23	30,7	56
16	13,6	25	34,6	63
18	15,5	28	39,1	70
20	17,5	32	44,0	77
22	19,8	35	49,6	85
24	22,4	40	55,7	96

Näide: 14°-line vesi keeb rõhul 12 mm; mainitud tingimusi tekkinud auru, mille temperatuur on 14°, ei saa kondenseerida, jahutades 14°-lise veega, ning kondensatsioon võrdub 0-le. Kõik aurud läbistaksid pumba. Kuna jahutamisevee temperatuuri on raske alandada, siis tuleb töötada kõrgema rõhu juures ja destillatsioon kõrgema temperatuuri juures läbi viia. Raskusi on destillatsioonil, kui

vedelik sisaldab ammoniaaki, sest see ei kondenseeru, vaid läbibistab pumba. Üldiselt aga, kui ei ole koostisaineid, mis ei kondenseeru, saab korraliku töötamise juures destillaati kätte 95—98%.

Eüchi näitas ka, et vaakuum-aparaadis ei ole igal pool ühesugune rõhk ja ei ole ükskõik, kuhu asetatakse manomeeter. Ta asetask manomeetri mitmesse kohta ja leidis järgmised andmed:

Aurustamise anumask	54 mm
„ anuma ja jahuti vahel . .	53 „
Jahuti ja I koguja vahel	16 „
I koguja ja II koguja vahel	15 „
II koguja ja pumba vahel	13 „

Töötades tabelites nr. 4 või 5 toodud andmete järgi ei või milgi tingimusel tarvitada metall-aneroid-manomeetreid, vaid tuleb tarvitada elavhõbemanomeetreid. Ainult siis on võimalik küllaldase täpsusega rõhku mõõta.

Jahutamise temperatuuri ja destillimise temperatuuri tuleb eriti silmas pidada, kui tegemist on alkoholsete vedelikega, millede destillaate soovitakse koguda.

Kui vee temperatuur on liig kõrge ja ei võimalda saavutada soovitud jahutamise efekti, siis tuleks hoolt kanda selle eest, et jahuti asetataks külmutussegusse.

Destillatsioonil juures tuleb igal juhul valida optimaalne vaakuum. Ei ole õige tõsta vaakuum võimalikult kõrgeks, vaid õige on saada ühtlast, konstantset ja sobiva kõrgusega vaakuumi.

Et seda saavutada, peab esmajoonel olema vajalise võimega pump ja see peab töötama kõikumisteta. Soovitavaks tuleb pidada võimalikult madalat vaakuumi, kuid peab silmas pidama, et temperatuur ei tõuseks üle lubatud piiride. Madala vaakuumi juures on aurude maht väiksem, kondensatsioon täielisem ja destillatsioon toimub kiiremini. Ka on madalamat vaakuumi kergem reguleerida. Reguleerimine viiakse läbi järgmiselt: Kui pump annab kõrgema vaakuumi kui soovitatav, siis juhatakse vastava kraani kaudu aparati niipalju õhku, et saada sobiva kõrgusega vaakuum. Veejoa abil on ebakohane veejoapumba imemist reguleerida, kuna halvemal juhul võib vesi tagasi lüüa ja aparati tungida, kui ventiil pole kindel. Ka õlipumba tarvitamisel ei ole soovitatav turide arvu vähendada, sest igale pumbale on ette nähtud kindel turide arv. Konstantse vaakuumi hoidmiseks on K u m e r'i poolt konstrueeritud ka vastav seadeldis (9, lk. 1247). Aparaat töötab sel põhimõttel, et ta automaatselt niipalju õhku sisse juhib kui on tarvis selleks, et püsiks konstantse kõrgusega vaakuum.

Sageli tuleb ette, et destillatsioonil vedelik „klopib“ ja vahutab. Enamasti on need segavad nähted tingitud peamiselt ebaühtlasest vaakuumist, puudulikust kondensatsioonist ja ülekuumendamisest. Kui ka paremate tingimuste puhul ei saada rahulikku vedeliku keemist, siis saab keemist soodustada, juhtides vedelikku läbi eespoolnimetatud kapillaari õhku. Siin peab aga tingimuseks oléma, et destillitav vedelik ei ole tundeline hapniku vastu. Kui on tegemist vahutava vedelikuga, soodustaks õhu läbijuhkimine vaid vahutamise intensiivsust. Keemise soodustamiseks võib destillatsioonianumasse asetada ka kaoliinitükke, kapillaare ja klaaspärle.

Kõige ebameeldivamaks, kuid sageli ettetulevaks nähteks vaakuumdestillatsioonil on endastmõistetav vahutamine. Rõhu vähenemine vähendab ka vedeliku pindpinevust ja seepärast on vahutamine seda intensiivsem, mida madalam on rõhk. Alkoholsed vedelikud vahutavad harva, kuid vesivedelikud väga sageli. Vahet tuleb teha kahesuguse vahutamise vahel: 1) vahutamine, mis tekib ebaühtlasest rõhust ja kuumendamisest kui ka sellest, kui aparati uut vedelikku juure lisatakse, ja 2) vahutamine, mis on omane teatud vedelikule.

Esimene tekib selle tõttu, et kui koondatakse näiteks alkoholset vedelikku, siis algul läheb alkohol üle ja järele jääb vesi. Kui sellele uuesti lisada alglahust,

tekib alkoholisisalduse tõttu tormiline destillatsioon ja vahutamine. Selle vältimiseks tuleb kas pidevalt värsket vedelikku vähehaaval juure lisada või suurema hulga lisamisel vastavat ettevaatust silmas pidada.

Vahutamise, mis on omane antud vedelikule, ärahoidmine on juba raskem ülesanne. Esimene nõue on siin, nagu juba eespool mainitud, konstantse kõrgusega vaakuum. Teiseks kasustatakse suuremate aparaatide juures n.-n. vahupüüdjaid ja segamise seadeldisi. Väikeste apteegi laboratooriumi aparaatide juures ei tule need seadeldised kõne alla. Rapp on soovitanud oktüülalkoholi või eetri lisamist, kuid neid lisandeid ei saa alati kasustada; ka teeb see asjata kulu, kuna oktüülalkohol on võrdlemisi kallis (100 g ca 40 kr.). Õlipumpade tarvitamisel rikuksid mainitud lisandid õli (eriti eeter), sest nad läheksid osaliselt õlisse üle. Kõige lihtsam vahend vahu takistamiseks on õhu juhtimine vahu peale, kuid ka sellega on teatud raskusi. Kui pidevalt õhku sisse juhtida, ei saavutata sellega muud kui vaakuumi langust ja destillatsiooni seismajäämist. Ühes sellega tekib vedeliku ülekuumenemine, sest mõni aeg ei ole soojuste tarvitamist, ja kui siis vedelik uuesti hakkab keema, on vahutamine veel intensiivsem. Kummer sai häid tagajärgi, kui ta teatud ajavahemike järele õhku aparaati juhtis, kuid nii, et selle juures vaakuum ei langeks. Et seda saavutada, lülitas Kummer vaakumsüsteemi eespoolmainitud vaakuumi regulaatori ja eriliselt konstrueeritud aparaadi, mis teatud ajavahemike järele laskis õhku tõugetena aparaati. Aparaat töötab elektrimootori abil ja õhu sissejuhtimise sagedus on vastavalt nõuetele reguleeritav. Resultaadid olid niivõrd head, et koguni seebi- ja saponiinilahuseid oli võimalik koondada. Mainitud Kummeri aparaati on ka teiste autorite poolt kontrollitud ja saadud häid resultate. Koszarek valmistas *Extr. Condurango* ja kasutas Kummeri vahutekkimise takistuse aparaati. Resultaadid olid väga head.

Kui ekstraktide valmistamisel soovitakse väljatõmme täiesti kuivaks aurustada, siis tuleb toimetada järgmiselt:

Kui destillatsiooniaja vältel oli soovitav pidada konstantset optimaalset vaakuumi, on kuivatamise puhul soovitav tõsta vaakuumi nii kõrgeks kui võimalik. Vaakuumparaadis ekstrakti kuivaksaurustamine on siis hästi võimalik, kui portselan-anuma põhi on lame ja vedelikku pole liig palju. Kui jääk on juba siirupi konsistentsi omanud, tuleb lülitada tühja kogu peale ja kõik kraanid sulgeda, et võimalikult kõrgelt vaakuumi saada. Küte tuleb tõsta maksimaalse lubatud piirini. Nendes tingimustes tekib enamasti vahukas mass, mis hästi kuivab. Viimane võetakse siis aparaadist välja ja asetatakse ekssikaatorisse. Mõned aparaati (näit. Kummer'i) võib ka otsekohe vaakuum-ekssikaatorina tarvitada. Viimase juhul lülitatakse kondensatsioonianumad välja ja kupli alla asetatakse lame anum, millesse asetatakse väävelhapet või kaltsiumkloriidi. Parema on aga kuivaks aurustatud aine aparaadist välja võtta, lõplikult kuivatada vaakuumkuivatuskapis, siis mõni aeg seista lasta ekssikaatoris ja vastavalt vajadusele edasi käsitada.

Arvestades seda, et vaakuumaparaadiga töötamine on võrdlemisi lihtne ja vastavad aparaadid suuremates laboratooriumides olemas, ei võiks madalal rõhul koondamine olla põhjuseks, et mõned preparaadid (näit. mõned kuivekstraktid) tuuakse välismaalt, kui neid niisama hästi võiks valmistada kodumaal.

On selge, et iga apteek ei saa endale sisse seada vaakuumdestillatsiooniaparaati sageli puht-tehnilisil põhjusil (elektri või veevärgi puudus). Siiski tuleks püüda selle poole, et apteek elustaks oma laboratooriumi ja võimaluse järgi enam oma laboratooriumis preparaate valmistaks.

Kirjandus.

- 1) Müller, Archiv d. Pharm. 1844, 40. 2) Meurer, Archiv d. Pharm. 1844, 279.
- 3) Pharm. Ztg. 1936, 1000. 4) Pharm. Ztg. 1927, 169. 5) Kummer, Pharm. Ztg. 1934, 1124.
- 6) Kummer, Pharm. Ztg. 1927, 1429. 7) Walter, Pharm. Ztg. 1929, 1289. 8) Kummer, Pharm. Ztg. 1934, 871. 9) Kummer, Pharm. Ztg. 1928, 1246. 10) Franke, Chem. Ztg. 1933, 57, 204. 11) Büchi, Schweiz. Apoth. Ztg. 1934, 211. 12) Koszarek, Pharm. Ztg. 1929, 1258.
- 13) Komment. zum Deutsch. Arzneibuch 1928, 279. 14) Kern, Südd. Apoth. Ztg. 1934, 514.
- 15) Kummer, Pharm. Ztg. 1935, 179. 16) Young-Prahl, Theorie und Praxis der Destillation.