

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten  
Abt. III - Tr/Mm.

3418 - 201 - 11 - 17  
B  
24. April 1942.

4214/19  
Herrn Dr. K a l k .

000083

Betrifft: Gebrauchsmusteranmeldung.  
"Destillationseinrichtung für Laboratorien".

Im Nachfolgenden ist eine Destillationseinrichtung für Laboratorien beschrieben, die besondere Vorteile sowohl für analytisches wie für präparatives Arbeiten aufweist. Die Destillationseinrichtung besteht aus einem 3-Rohr-Gerüst, in dem, mit Stellschrauben verschiebbar ein elektrischer Heiztrichter, ein Zwischenisolerstück und eine doppelwändige Kolonnenisolierung mit speziell geregelter Zwischenheizung angebracht sind. Die Kolonne ist in die Isolierung eingesetzt, sie besteht aus einem Kolonnencharstteil, das den mit Stopfen herausnehmbaren Kondensator trägt und mit einer besonderen Ablaufvorrichtung versehen ist, die aus einer Napf mit zur Kolonnenwand ansteigender Kapillarföhrung besteht, so daß das am Kondensator kondensierende Produkt im vollen Strom in den Napf läuft und das aus der Kapillare auftretende Produkt damit immer der Zusammensetzung des gerade destillierenden Materials entspricht. In ihrem Mittelteil trägt die Kolonne 2 neuartige Regelvorrichtungen, unten endet sie in einem Schliff, an den sich der Destillationskolben ansetzt. Das Mittelteil der Kolonne ist gefüllt mit geeigneten Füllkörpern wie Raschigringen, Pyramidenkörpern usw. Die Kolonne kann aus Glas oder Metall ausgeführt werden. Im Falle der Metallausführung kann der Schliff durch eine entsprechend geeignete Metallverbindung ersetzt werden, wie sie in der Abbildung 2 dargestellt ist. Die

Dutschritt

2

Regelvorrichtung in der Kolonnenmitte besteht aus 2 verschieden wirkenden Reglern. Der 1. Regler reagiert auf den Differenzdruck zwischen Kolonnenboden und Kolonnenkopf. Er besteht in einem durch die Mitte der Kolonne geführten Rohr, das unten offen ist und das im Falle der Glaskolonne von einem 2. Rohr umschlossen wird, das sich als unten geschlossener Glasmantel mit getrenntem oberen Ausgang um das innere Rohr legt. Das unten offene mittlere Rohr überträgt den Differenzdruck zum Boden der Kolonne auf eine Schaltvorrichtung, die auf einen bestimmten Differenzdruck eingestellt werden kann. Wird dieser Differenzdruck überschritten, so wird die Heizung des Kochkolbens ausgeschaltet. Fällt der Differenzdruck unter einen bestimmten Wert, so schaltet sich der Kochkolben wieder ein. Bei der Ausführung in Metall kann man den Druck vom Kochkolben auch an einer anderen Stelle abnehmen als der eben erwähnten, beispielsweise durch ein auf dem Deckel der Metallblase zweckmäßig angebrachtes Röhrchen. Die zweite regelvorrichtung, die aus dem unten geschlossenen, oben mit einem besonderen Ausgang aus der Kolonne herausführenden mittleren Rohres besteht, stellt ein Luftthermometer dar, das auf einen Schenkel eines Quecksilbermanometers arbeitet, während auf den anderen Schenkel des Quecksilbermanometers ein anderes Luftthermometer arbeitet, das sich in der ersten Isolierschicht zwischen Kolonne und Zwischenheizung befindet. Wenn im Laufe der Destillation die Temperatur in der Kolonne steigt, so drückt der entstehende Druck das Quecksilber in dem Quecksilbermanometer von einem Kontakt fort, der über ein Relais die Heizung <sup>in</sup> der Zwischenschicht zwischen den Isolierungen einschaltet. Hierdurch wird der zweite Schenkel des Luft

Durchschrift

thermometers geheizt und, sobald die Temperatur der Zwischenschicht die Temperatur der Kolonne erreicht hat, schaltet sich die Heizung der Zwischenschicht wieder ab. Man erreicht so eine Zwischenschicht, die genau die Kolonnentemperatur hat und damit einen praktisch vollkommen adiabatischen Gang der Kolonne, der sich für Erreichung höchster Schnittschärfen sehr gut ausgewirkt hat. Die Anordnung der gesamten Kolonne in dem 3-Rohr-Stativ hat sich als besonders zweckmäßig erwiesen, da die Rohre des Stativs als Zu- und Ableitungen für Kühlwasser und für die Führung der elektrischen Leitungen verwendet werden können und fernerhin eine gute Führung für den Heiztrichter und die Zwischenisolierschicht geben. Weiterhin ist durch die Anordnung in einem Stativ die ganze Einrichtung gut transportabel geworden, da die Relais, Manometer, die zu den oben geschilderten Schaltungen gehören, auch ohne weiteres auf dem Stativ montiert werden können. Als Abnahmevorrichtung haben sich besonders Metallspindelventile, wie sie aus der Hochdruck-Apparate-Technik bekannt sind, bewährt. Die steilen Spindeln gestatten eine außerordentlich zuverlässige Regelung des Eblaufs, der auch dadurch gleichmäßig wird, daß durch den oben schon geschilderten Napf ein konstanter Vordruck für die Abnahme der Fraktionen gesichert ist.

*u. H. H.*

*Wassner  
für Messstelle*

*Vahrenkamp*

Durchschrift

B

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten  
Abt. HL - Tr/mm.

23. April 1942.

J.-Nr. 42/4/16.

Herrn Dr. H a g e m a n n .

000086

Betrifft: Schreiben der Chemisch-Technischen Reichsanstalt  
vom 19.3.1942.

Die Reichsanstalt berichtet über eine Methode zur Durchführung einer quantitativ vergleichbaren Vakuum-Destillation für Öle. Die Öle werden in den Noak-Tiegel eingesetzt. Es wird ein Stickstoffstrom von 60 Blasen/Minute eingestellt, der aus einer im Deckel des Noak-Tiegels angebrachten Kapillare über die Oberfläche bläst. Durch Drosselung des Stickstoffstromes wird mit Hilfe einer scharf ziehenden Vakuumpumpe ein Vakuum von 3,5 bis 5 mm eingestellt. Die Temperatur, die durch ein Kontaktthermometer gesteuert ist, wird mit Hilfe der elektrischen Heizung innerhalb von 40 Min. auf 300°C gesteigert, dort 15 Min. gelassen, dann durch Hörschrauben des Schaltthermometers auf 350° <sup>wieder</sup> gesteigert, wobei die 350° in 20 Minuten erreicht werden sollen und die Temperatur dann bei 350° 15 Minuten konstant gehalten wird. Die Nachprüfung an 6 Ölen ergibt, daß, wenn man als charakteristische Daten des Öles einmal den Destillationsbeginn und andererseits den bei 350°C verbleibenden Rückstand ansieht, man bei diesen 6 Ölen die gleiche Gütereihe bekommt, wie wenn die Öle in einer in einem früheren Schreiben beschriebenen Glasapparatur der Reichsanstalt im Hochvakuum destilliert werden und man hier zur Klassifizierung den Destillationsbeginn und den 300°-Punkt ansetzt. Vom Standpunkte der synthetischen Öle ist zu sagen, daß die Temperatur von 350° sehr hoch liegt und schon starke Zersetzungen der synthetischen Öle auch bei den vorgesehenen verhältnismäßig kurzen Zeiten zu erwarten sind, wobei die Zersetzungsprodukte sich im Destillat und nicht im Rückstand befinden würden. Bei der Glasapparatur, die in der Reichsanstalt gebraucht wurde, dürften die Destillationstemperaturen um etwa 30 bis 50° niedriger liegen als bei der Destillation im Noak-Tiegel. Besonders auffällig ist die starke Verschiebung des Destillationsbeginns. Bei der Glasapparatur werden hier

Durchschrift

130 - 140° tiefere Werte gemessen. Ich würde also glauben, daß die vorgeschlagene Destillationsmethode der Reichsanstalt 2 Mängel hat:

- 1.) Der außerordentlich interessante Destillationsbeginn der Öle kann nicht erkannt werden, d.h., die Frage, ob dem Öl wenige Prozent dünnes Öl zur Verbesserung der Polhöhe zugeben sind, die vielleicht in kurzer Zeit im Motor wieder verdampfen, ist auf diese Weise nicht entscheidbar.
- 2.) Für an sich hochwertige aber etwas crackempfindliche Öle, wie es die Syntheseöle sind, kommt wahrscheinlich eine ganz falsche Destillationskurve heraus. Wir sind z.Zt. mit der Entwicklung einer Mikro-Molekulardestillation sehr einfacher Bauart beschäftigt und hoffen, daß man auf diese Weise vielleicht etwas vollkommenere Resultate erreichen kann.

Durchschrift

MOLEKULAR-DESTILLATION

Ruhrchemie Aktiengesellschaft

Oberhausen-Holten

Abt. NI-Bu / Mbg

25. April 1942

224/22

Herrn C l a r, Herrn K ü h n e l.

000088

Betrifft: Destillation.

Destillation eines Oeles mit  $V_{50} = 20,2^{\circ}E$  (H. Kühnel)  
in der Molekulardestillation - Apperatur unter den selben  
Bedingungen wie in der Lurgi - Apperatur.

Fraktionen	Destillation		$V_{20}$	$V_{50}$	V.P.H.	Flpkt. °C
	Gr.	Gew. %				
-Ausgangsöel	-	-	0,850	20,2	1,72	243
Frakt. 1 bis $130^{\circ}E$	82,5	8,1	0,855	2,6	1,93	195
" 2 " $130+160^{\circ}E$	83,0	8,1	0,858	3,5	2,07	205
" 3 " 190 "	82,5	8,1	0,860	7,0	1,95	243
" 4 " $190+220$ "	81,5	8,0	0,858	10,0	1,90	261
" 5 " 220 "	83,5	8,2	0,859	15,2	1,79	275
" 6 " 220 "	82,0	8,0	0,859	19,8	1,86	304
" 7 " 250 "	83,0	8,1	0,861	28,7	1,80	308
" 8 " 250 "	89,0	8,7	0,860	36,0	1,77	324
" 9 " $250+280$ "	83,5	8,2	0,863	47,0	1,77	327
" 10 " 280 "	79,0	7,7	0,863	62,0	1,77	321
Reststand	190,5	18,8	0,868	157,3	1,73	335

Durchsicht