

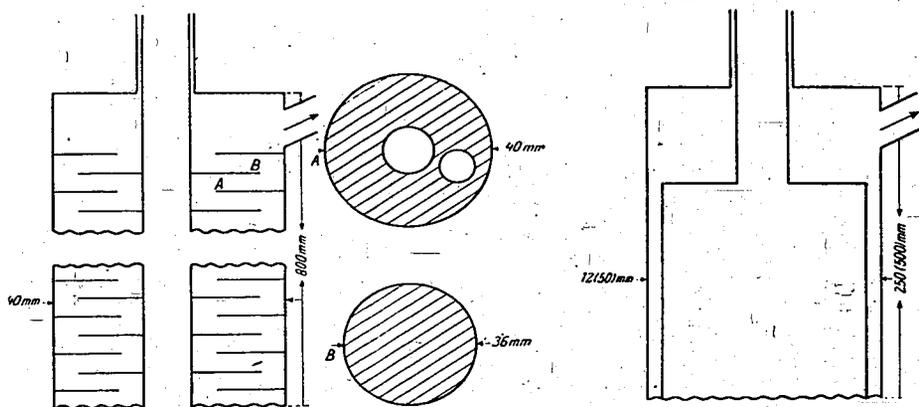
Über Kolonnen mit besonders hohem Trennfaktor.

Prof. Dr. W. Jost,
Universität Leipzig.

Bei unseren Arbeiten ergab sich das Bedürfnis nach Kolonnen mit besonders hohem Trennfaktor. Angestrebt wurde von uns: praktisch vollständige Trennung von Stoffpaaren, welche bei 100°C eine Siedepunktdifferenz von $\sim 1^{\circ}$ aufweisen, vorausgesetzt natürlich, daß keine Komplikationen im Siedediagramm vorliegen.

Um wesentlich über die Trennwirkung üblicher Kolonnen hinauszukommen, gingen wir von einer Anregung aus, welche sich in einer kurzen amerikanischen Arbeit findet¹⁾. Dort wurde folgende Beobachtung gemacht: Ein einfaches Rohr, in welchem ein Metallband hing, diente als Fraktionieraufsatz; so zeigte dieser eine mäßige Trennwirkung, die beträchtlich anstieg, wenn man das Metallband um seine Längsachse rotieren ließ. Die

Abb. 1



Rot. Kolonnen

Jost, Teichmann 1940. Physikalisch-chemisches Institut Leipzig.

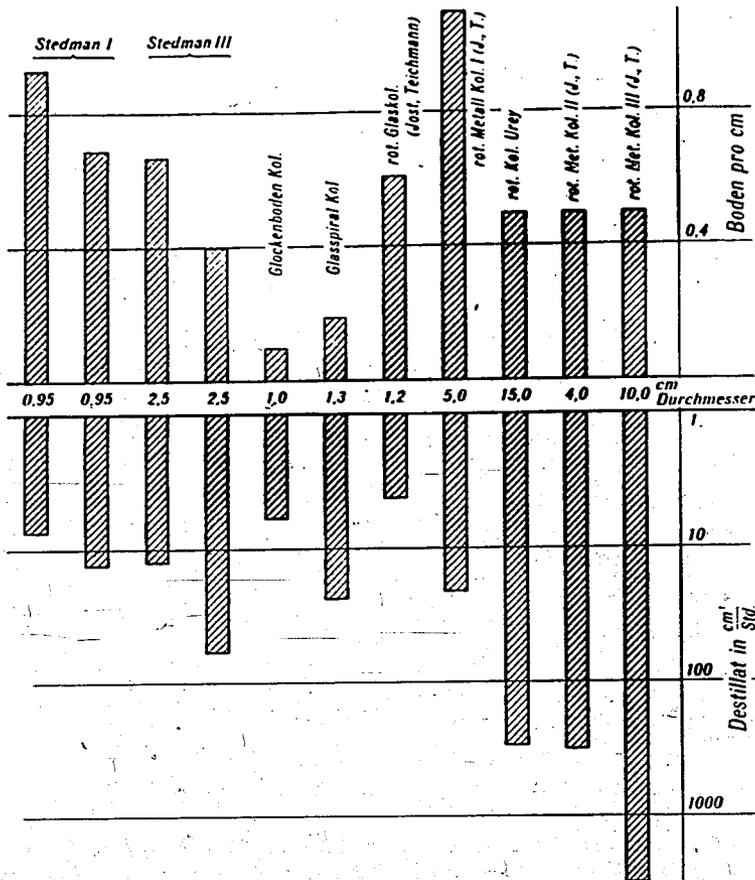
Ursache dafür ist offenbar, daß durch die Rührung der Ausgleich Gas \leftrightarrow Flüssigkeit innerhalb eines horizontalen Querschnittes stark gefördert wird. Hiervon ausgehend sind wir schließlich zu folgendem Typ einer Kolonne für analytische Zwecke gekommen, Abb. 1. Ein Rohr rotiert mit gewissem Spielraum in einem weiteren Rohr, der ringförmige Spalt zwischen beiden stellt die eigentliche Kolonne dar. Eine so gebaute Kolonne aus Glas ergab bei nur 25 cm Höhe etwa 15 theoretische Böden; mit einer Metallkolonne (bei welcher sich engere Spaltweiten und höhere Tourenzahlen erreichen lassen) wurden auf 50 cm Länge 56 theoretische Böden erzielt. Alle Probedestillationen wurden mit dem System Benzol-Äthylenchlorid ausgeführt.

Der Vorteil dieser Kolonne für analytische Zwecke besteht außer in ihrem hohen Trennfaktor (um ein System mit 1° Siedepunktdifferenz bei 100° zu trennen, wäre eine Kolonne von etwa 2 m Höhe erforderlich) darin, daß sie nur außerordentlich wenig »hold-up« haben.

¹⁾ S. D. Lesesne u. H. L. Lochte, Ind. Engng. Chem. analyt. Edit. 10 (1938) 450.

Für präparative Zwecke mit großen Mengen ist aber dieser Kolontyp wegen des verhältnismäßig geringen Durchsatzes nicht geeignet (Zahlenwerte vgl. Abb. 2). Dafür haben wir folgende Ausführung entwickelt. Ich erinnere zunächst an eine Kolonne, die von Urey²⁾ für die Anreicherung des schweren Sauerstoffisotopen durch Fraktionierung von Wasser gebaut worden ist. Sie besteht aus einem System von abwechselnd rotierenden

Abb. 2



Vergleich verschiedener Kolonnen.
Jost, Teichmann.

und feststehenden Kegeln; über einen feststehenden Kegel läuft die Flüssigkeit nach innen herab, wird auf dem folgenden rotierenden Kegel wieder über den Rand hinaufgeschleudert usw.; das Gas strömt in umgekehrter Richtung zwischen den Kegeln hindurch. Guter Austausch Dampf \rightleftharpoons Flüssigkeit kommt durch den langen Gas- bzw. Flüssigkeitsweg zustande. Die Rotation ist im wesentlichen nur nötig zur Bewegung der Flüssigkeit. Der Durchsatz einer solchen Kolonne ist — im Verhältnis zu ihrer Größe — relativ gering, da der effektive Querschnitt klein ist.

²⁾ Urey u. Huffman, Ind. Engng. Chem. 1938.

Man kann sich nun aber folgendes vorstellen: Man erhöht etwa den freien Querschnitt wesentlich, indem man beispielsweise statt Kegeln Platten, Abb. 1, nimmt, welche den Querschnitt nur teilweise ausfüllen und welche unter Umständen außerdem noch teilweise durchlocht sind bzw. aus Drahtnetz bestehen oder beides gleichzeitig; dann wird sich der Durchsatz wesentlich steigern lassen, aber ein Verlust an Trennwirkung eintreten. Steigert man nun aber die Rotationsgeschwindigkeit, so wird man in jedem horizontalen Querschnitt wieder den Austausch Gas \rightleftharpoons Flüssigkeit erhöhen und evtl. den Verlust an Trennwirkung wieder kompensieren können. In diesem Falle käme der Rotation also eine wesentlich andere Bedeutung zu als bei der Ureyschen Kolonne. Die Erfahrung bestätigt nun diese Vermutung. Wir haben zwei Kolonnen ausgeführt, die eine mit Metallscheiben wie in Abb. 1, die andere mit mehrfach gelochten Drahtnetzen. In beiden Fällen war die Höhe für einen theoretischen Boden nicht merklich größer als bei Urey; neben der einfacheren Ausführung ergab sich aber im letzteren Falle (gelochte Drahtnetze) ein wesentlich höherer Durchsatz. Angaben über die Leistung sind in Abb. 2 zusammengestellt, und zwar ist hier einerseits für eine Reihe von Kolonnen die je theoretischem Boden erforderliche Höhe eingetragen, andererseits der Durchsatz (in cm^3 Destillat je Stunde unter der Annahme eines Rücklaufverhältnisses von 1:20) unter gleichzeitiger Angabe des Kolonnendurchmessers. Am günstigsten hinsichtlich Trennfaktor schneidet die rotierende Kolonne mit glattem Zylinder, engem Spalt und hoher Tourenzahl ab, die natürlich nur für analytische Zwecke und präparatives Arbeiten mit kleinen Mengen in Frage kommt. Die kleinsten Stedman-Kolonnen stehen dem nicht sehr nach; doch nimmt die je theoretischem Boden erforderliche Höhe einerseits bei den größeren Stedman-Kolonnen wesentlich zu, andererseits ist mit glatten Zylindern ein geringeres »hold-up« zu erreichen. Unsere Scheiben- und Drahtnetzkolonnen sind nach Höhe je theoretischen Boden nicht günstiger als die Urey-Kolonne, gestatten aber, wie erwähnt, den Durchsatz wesentlich zu steigern. Dies ist — abgesehen von der an sich nicht ausgeschlossenen technischen Verwertung — auch für viele Laboratoriumszwecke und gerade für die von uns ins Auge gefaßte Verwertung von wesentlicher Bedeutung. Denn, wenn in einem Gemisch zwei Komponenten nur eine sehr geringe Siedepunktdifferenz aufweisen und andererseits die eine in sehr geringer Konzentration, von beispielsweise wenigen Promillen, vorliegt, so braucht man eine Kolonne hoher Trennwirkung bei gleichzeitig hohem Durchsatz.

Als Vorteil der beschriebenen Kolonnen ist noch zu erwähnen, daß sie sich ohne weiteres für Vakuum bauen lassen dürften; wir haben dies zwar noch nicht getan, doch bestehen keinerlei grundsätzliche Schwierigkeiten, da der Druckabfall in der Kolonne sehr klein ist. Hinsichtlich der Trennleistung brauchen unsere Angaben noch keineswegs die Grenze darzustellen, da wir noch wenig systematisch variiert haben und unsere Maße weitgehend von zufälligen Faktoren, wie z. B. Durchmesser der gerade verfügbaren Rohre, abhängen.

Nachträgliche Anmerkung. Durch die Diskussionsbemerkung von Herrn Dr. Koch bin ich darauf aufmerksam geworden, daß auch von Mair u. Willingham³⁾ in den Vereinigten Staaten Versuche mit modifizierten Urey-Kolonnen ausgeführt worden sind mit dem Resultat, daß die Ureysche Konusausführung die beste ist (nach der Ansicht von Mair und Willingham). Zum Vergleich mit unseren Ergebnissen ist folgendes zu bemerken: Durch sehr dichte Anordnung der Konusse gelingt es Mair und Willingham tatsächlich, einen Trennfaktor zu erreichen, der nur wenig unter dem unserer besten Zylinderkolonnen liegt. Gegenüber der Zylinderkolonne ist aber das »hold-up« bei Mair und Willingham sehr groß, so daß ihre Kolonne nicht in Frage kommt für die Feinfraktionierung kleinerer Mengen. Andererseits ist wegen der engen Abstände der Kegel der Durchsatz recht gering, so daß für die Fraktionierung, wie sie in den oben angeführten Fällen auch laboratoriumsmäßig notwendig sein kann (und evtl. technische Anwendung) unsere Scheibenkolonnen wesentliche Vorteile bieten. (Von Mair und Willingham sind gelochte Scheiben- und Drahtnetze nicht benutzt worden, so daß seine diesbezüglichen Versuche mit den unsrigen nicht vergleichbar sind.)

³⁾ Mair u. Willingham, Bur. Stand. J. Research 1939.